

Índex

	<i>Pàg.</i>
1. Introducció:	1
1.1. Entorn de treball: IMB-CNM, ICTS, ICN. BNC-b. Antecedents.	1
1.2. Objectius.	2
1.3. FIB a l'enginyeria de materials.	3
2. Interacció amb la matèria.	5
2.1. Feix d'electrons. Interacció electrons matèria.	5
2.1.1. Electrons retrodispersats.	7
2.1.2. Electrons secundaris.	7
2.2. Feix de ions. Interacció ions matèria.	8
3. L'equip: Crossbeam 1560 XB.	13
3.1. Hardware Crossbeam 1560 XB:	13
3.1.1. Descripció de l'equip.	13
3.1.2. Columna SEM.	15
3.1.3. Columna FIB	16
3.1.4. Detectors d'electrons.	16
3.1.5. Stage.	19
3.1.6. Cambres i bombes de buit.	19
3.2. Software Crossbeam 1560 XB.	20
3.3. Micromanipuladors Kleindiek.	21
3.4. GIS, sistema d'injecció de gasos.	22
3.5. Equip de litografia Raith per feix de ions i electrons.	24
3.6. Instal·lació i posta a punt de l'equip.	25
3.6.1. Requeriments de l'equip i serveis necessaris.	25
3.6.2. Laboratori del FIB	26
3.6.3. Impacte ambiental.	27

	<i>Pàg.</i>
4. Aplicacions.	29
4.1. Inspecció	29
4.1.1. Seccions	30
4.1.1.1. Dispositius en superfície.	30
4.1.1.2. Estructures multicapa i dispositius enterrats.	34
4.1.1.3. Aplicacions “Bio”.	36
4.1.2. Seccions CMOS.	39
4.2. Preparació de mostres TEM	40
4.3. Edició de circuits.	43
4.4. Nanofabricació.	47
4.4.1. Silici.	48
4.4.2. Nitrur de Silici.	52
4.4.3. Mostres aïllants.	54
4.4.4. Aplicacions especials.	58
4.5. Nanolaboratori.	60
 5. Estructures avançades, cantilevers.	 63
5.1. Deposició de massa.	64
5.2. Fabricació de cantilevers.	67
 6. Planificació, funcionament i servei.	 71
6.1. Accés FIB.	71
6.1.1. Superusuaris.	71
6.1.2. Servei sota comanda i autoservei qualificat.	72
6.1.3. Política d’accés.	72
6.2. Gestió i manteniment de l’equip.	73
 - Conclusions	
 - Bibliografia	

- Annexes

- Annex 1: Protocolo de acceso a la ICTS i Nota GICORG_0.
- Annex 2: Procedures.
- Annex 3: Full de comanda.
- Annex 4: Resum i pòster FIB al Nanoaracat'06.
- Annex 5: Mass measurements based on nanomechanical devices: differential measurements.
- Annex 6: Focused ion beam fabrication and functionalization of CMOS integrated silicon nanocantilevers

Resum

En aquest projecte es presenta la tecnologia FIB com una eina capaç d'oferir solucions de nanocaracterització i nanofabricació dins de l'entorn del BNC-b.

En primer lloc es fa una breu descripció dels fenòmens que ocorren durant la utilització de l'equip i sobre les característiques i components que l'integren.

S'analitza casos concrets d'inspecció de seccions de mostres de diferent naturalesa (materials multicapa, dispositius electromecànics i òptics, materials biològics), de preparació de mostres TEM, d'edició de circuits electrònics, de nanofabricació sobre diferents materials (conductors i aïllants) i de nanoexperimentació. Aquestes aplicacions són exemples sobre l'ús que ha tingut l'equip durant la realització d'aquest projecte i, sobretot, serveixen de carta de presentació sobre el gran ventall de possibilitats que, amb el CrossBeam 1560XB, es pot oferir.

Finalment, es conclou explicant quina serà la política de funcionament de l'equip i les previsions sobre la seva gestió.

Capítol 1. Introducció

1.1. Entorn de treball

Aquest projecte s'ha realitzat a la Sala Blanca - ICTS (Instalación Científico-Técnica Singular) del CNM-IMB (Institut de Microelectrònica de Barcelona – Centro Nacional de Microelectrónica), instal·lacions situades al campus de la UAB (Universitat Autònoma de Barcelona).

Dins del campus de la UAB s'erigeix un clúster centrat en Nanotecnologia anomenat BNC-b (Barcelona Nanotechnology Cluster – Bellaterra). Aquesta terminologia comprèn centres de recerca del campus com ara el CNM-IMB, l'ICN (Institut Català de Nanotecnologia), l'ICMAB (Institut de Ciència de Materials de Barcelona) i la pròpia Universitat Autònoma de Barcelona. La política del clúster porta a integrar tots els serveis que requereixen d'una Sala Blanca dins de la Sala Blanca – ICTS del CNM-IMB.

Una Sala Blanca en Microelectrònica és un espai d'ambient controlat on s'ha reduït la contaminació de partícules i on es fixa unes condicions de temperatura, humitat i sobrepressió amb l'exterior. A l'annex 1 es detalla la normativa, detalls i protocols d'accés a Sala Blanca.

La Sala Blanca - ICTS del CNM-IMB disposa de diferents equips per tractar de satisfer les necessitats, cada cop majors, de reduir les dimensions dels dispositius. Entre aquests equips cal destacar un EBL (Electron Beam Lithography), un NIL (Nano Imprint

Lithography), un AFM (Atomic Force Microscopy), equips RIE (Reactive Ion Etching), metalitzadors, equips de CVD (Chemical Vapor Deposition) i un implantador de ions. Tot aquest instrumental és necessari per estructurar materials i dispositius a escala nanomètrica.

De cara a caracteritzar dispositius es compte amb equips de microscòpia SEM (Scanning Electron Microscopy), equips AFM, perfilòmetres, microscopis òptics i confocals. També hi ha equips de caracterització elèctrica.

1.2. Objectius

La continua actualització dels equips i les instal·lacions del clúster nanotecnològic del campus de la UAB ha portat a realitzar aquest projecte. Es vol incorporar noves funcionalitats que permetin ampliar les capacitats de nanofabricació del CNM-IMB convertint-lo en un centre de referència a nivell europeu i, juntament amb la resta d'equips de sala blanca, es cobreixi la demanda dels investigadors.

En aquest sentit, per ampliar la cobertura nanotecnològica de l'entorn esmentat cal proveir-lo d'eines capaces de:

- Caracteritzar estructuralment dispositius a escala nanomètrica.
- Fabricar nano/micro estructures sobre qualsevol material.
- Disposar d'un nanolaboratori que permeti caracteritzar, modificar i excitar elèctricament dispositius en un ambient de buit.

FIB, una eina per l'enginyeria de materials presenta la tecnologia FIB (Focused Ion Beam) des de la posta a punt de l'equip i la seva gestió fins a l'obtenció de resultats rellevants pels investigadors, tot explicant les principals aplicacions de l'equip en el marc de l'enginyeria de materials i de les necessitats del BNC-b. S'analitzarà com aquesta eina és capaç de donar servei a les necessitats llistades anteriorment ja que:

- Permet realitzar talls i examinar les seccions.
- Possibilita la nano/micro fabricació de dispositius i la edició de circuits realitzant processos molt localitzats d'sputtering, milling, etching i/o deposicions.

- Habilita la caracterització i excitació elèctrica d'elements nanomètrics a través de nanomanipuladors en ambient de buit.
- Permet visualitzar, a escala nanomètrica i a temps real, tots els processos.

L'objectiu, un cop instal·lat l'equip, és possibilitar tots aquests serveis i oferir l'assessorament tecnològic adequat a les sol·licituds i necessitats de l'entorn d'investigació del CNM, l'ICN (Institut Català de Nanotecnologia) i, per extensió, a tot el clúster.

1.3. El FIB a l'enginyeria de materials

En el camp de l'enginyeria de materials el FIB es pot emprar per realitzar i estudiar la secció d'un material i, si s'escau, preparar lamel·les fines per analitzar-les més al detall amb un TEM (Transmission Electron Microscopy). L'estudi de les seccions permet analitzar en profunditat la morfologia d'una mostra i els diferents materials que puguin estar involucrats en micro i nanoescala.

Un FIB és capaç de donar servei a l'indústria dels semiconductors i, també, és molt útil per entorns relacionats amb la metal·lúrgia, les ceràmiques, els composites, els polímers, la geologia, l'art, la biologia i en estudis forenses.

A més a més, la possibilitat de fer milling i dipositar materials de forma localitzada fa del FIB una eina molt útil en nanofabricació i nanoinvestigació.

Capítol 2. Interacció amb la matèria

Aquest capítol resumeix alguns dels fenòmens físics que es produeixen durant l'ús de l'equip. S'estudiarà què succeeix quan un feix d'electrons i un feix de ions focalitzats bombardegen una mostra, fent especial menció als efectes que, amb el CrossBeam 1560XB, es poden observar, controlar i mesurar.

2.1. Feix d'electrons. Interacció electrons matèria.

El microscopi electrònic d'escombrat (SEM) utilitza una font d'emissió d'electrons per escombrar la superfície d'una mostra i, amb els e^- que surten de la mostra després de la interacció, construeix una imatge de la mostra amb informació topogràfica i química. En el microscopi electrònic de transmissió (TEM) el feix d'electrons travessa el material i, amb els electrons que han travessat la mostra, es forma una imatge amb informació de l'estructura atòmica.

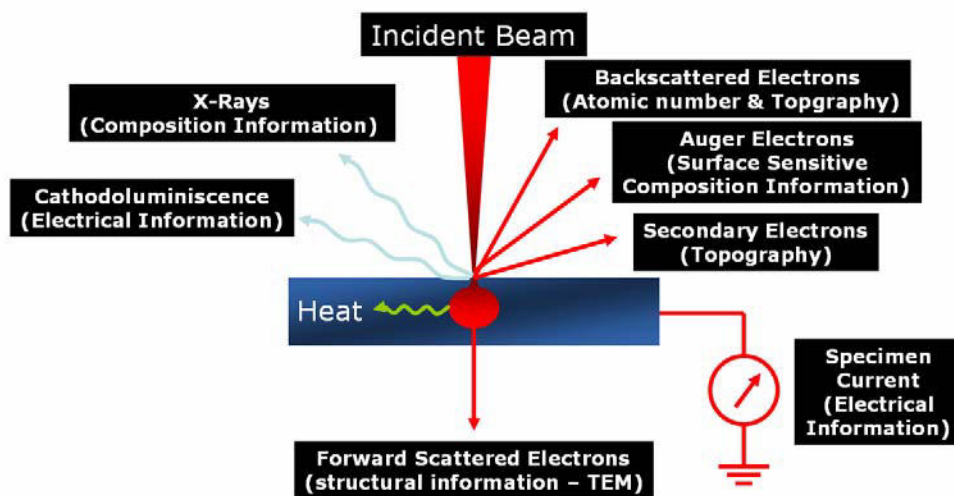


Figura 2.1_1. Esquema dels principals efectes de la interacció d'un feix d'electrons amb una mostra.

Els e^- del feix incident penetren la superfície del material. La profunditat de penetració depèn de l'energia dels electrons. A microscòpia TEM el feix ha de penetrar i s'ha de transmetre a través de menys de 200 nm de material (que és un gruix típic d'una mostra TEM) i, per microscòpia SEM, la penetració es pot regular segons l'acceleració dels e^- incidents (l'afectació dels electrons sobre la mostra es pot notar a $5\mu\text{m}$ de distància com indica la figura 2.1_2).

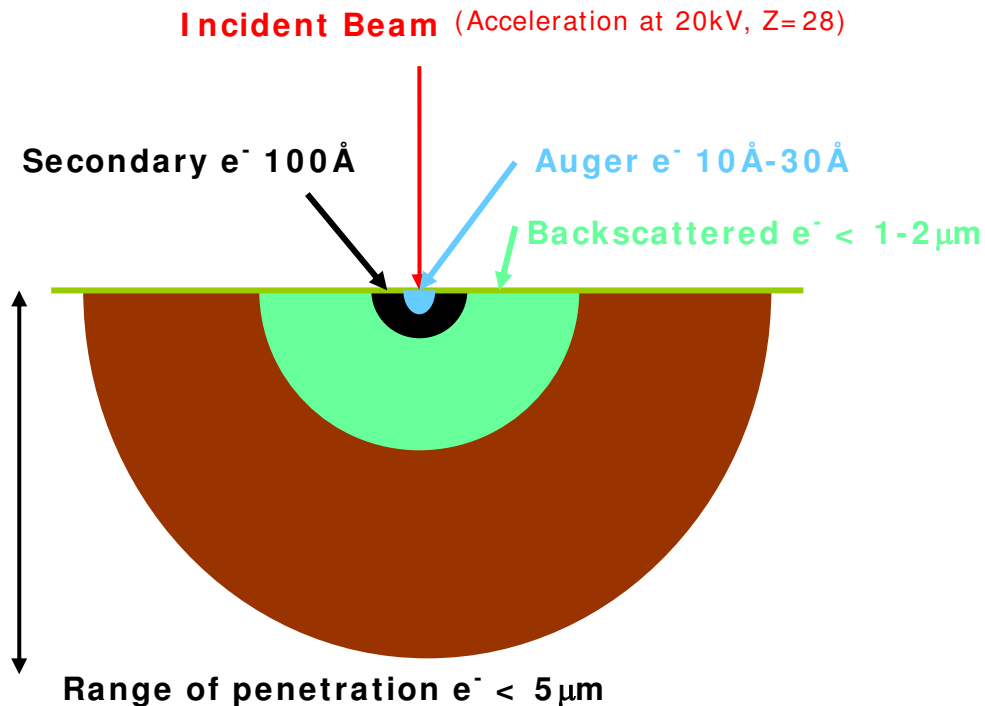


Figura 2.1_2. Profunditat d'afectació electrònica.

Com es pot veure a les figures anteriors, succeeixen diferents tipus de fenòmens quan un feix d'electrons bombardeja una mostra. El CrossBeam 1560XB té incorporat un SEM i, per tant, aquest apartat es centrarà en els efectes relacionats amb microscòpia SEM.

Els electrons Auger i els electrons secundaris s'originen prop de la superfície de la mostra i els backscattered (retrodispersats), normalment, provenen de zones més profundes. El volum d'afectació dels electrons sobre la mostra dependrà del nombre atòmic dels àtoms que la componen. A major nombre atòmic menys volum de mostra es veurà afectat pels electrons (figura 2.1_3)

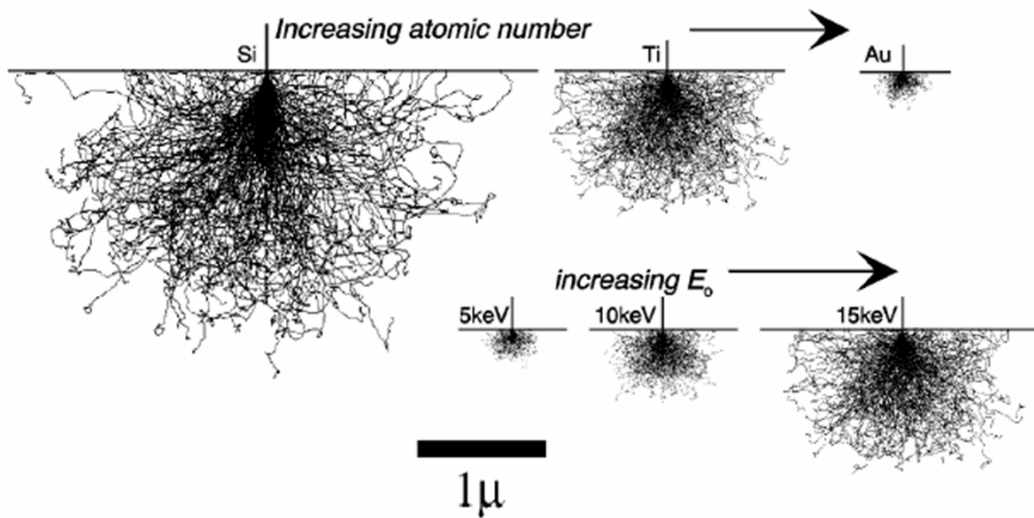


Figura 2.1_3. Volum de material afectat pels electrons en funció del nombre atòmic de la mostra i del voltatge utilitzat per accelerar els electrons.

2.1.1. Electrons retrodispersats

Uns electrons incidents amb prou energia arriben a la superfície de la mostra. Els electrons penetren la superfície (la profunditat de penetració dependrà del nombre atòmic de la mostra). Els electrons viatjaran de forma aleatòria pel sòlid després de travessar la superfície, produint col·lisions amb àtoms de la mostra. Part de l'energia, degut a les col·lisions inelàstiques, serà absorbida per la mostra. Una altra part de l'energia tornarà cap a la superfície en forma d'electrons retrodispersats. Aquests electrons poden tenir una energia del 50-80% de l'energia incident.

Els electrons retrodispersats donen informació de la composició i la topografia de la mostra. Els elements pesats (alt nombre atòmic) poden re-emetre més del 50% de l'energia i els elements lleugers poden baixar la re-emissió fins al 6%. També la topologia i l'angle d'incidència entre el feix d'electrons i la mostra poden afectar a la producció d'electrons retrodispersats. Per afavorir-los cal situar la normal de la superfície de la mostra a 90° del feix.

2.1.2. Electrons secundaris

Electrons secundaris és un terme utilitzat per referir-se als electrons emesos per un àtom quan aquest està subjecte a un feix primari d'electrons (o de radiació). Aquests electrons

tenen poca energia i, per tant, a microscòpia electrònica es detecta els que s'originen a la superfície del material que rep l'impacte del feix. Això fa que els electrons secundaris marquin de forma clara la posició del feix sobre la mostra donant informació topogràfica amb molt bona resolució.

Els electrons secundaris tenen deu possibilitats més d'originar-se degut als electrons retrodispersats (que travessen la superfície en el “viatge de tornada”) que no pas degut al feix incident. Es pot deduir, doncs, que quan la producció d'electrons retrodispersats sigui alta la producció d'electrons secundaris també ho serà.

2.2. Feix d'ions. Interacció ions matèria.

El CrossBeam, a més a més d'un SEM, té incorporat una columna FIB que produeix un feix focalitzat de ions positius. La interacció d'aquests ions amb els sòlids dóna lloc a una sèrie d'efectes que s'estudiaran a continuació. Aquestes interaccions són diferents a les interaccions electró – sòlid degut, sobretot, a que els ions tenen més massa que els electrons.

Hi ha dos tipus d'interaccions bàsiques (interaccions elàstiques i interaccions inelàstiques) que succeeixen quan el feix de ions col·lisiona amb la mostra. Els processos elàstics causen un desplaçament a la xarxa d'àtoms, produeixen sputtering de la superfície i contribueixen a la formació de defectes. Els processos inelàstics poden produir altres fenòmens com ara electrons secundaris, raig X o emissió de fotons. Els dos processos són útils quan es treballa amb el FIB. Per exemple, els electrons secundaris són fàcilment detectables i, per aquest fet, quan es vulgui fer imatge FIB seran molt útils.

Durant el procés de FIB es poden produir dislocacions sobre els àtoms de la superfície. Els ions amb suficient energia poden entrar en el sòlid causant dislocacions internes dins del material. Aquesta forma de danyar els sòlids pot produir amorfització dels materials cristal·lins. Si els ions incidents perden tota la seva energia poden ser atrapats pel sòlid i, en aquest cas, s'implantaran en aquest. Aquest fet es pot utilitzar en la producció o modificació de dispositius semiconductors.

La interacció més utilitzada alhora de fer FIB és l'sputtering físic que succeeix quan els ions incidents transfereixen suficient energia als àtoms de la superfície (o als àtoms propers a aquesta). Aquest procés s'utilitza per modificar la forma i la estructura de la mostra. Una part dels àtoms són ionitzats i es poden utilitzar per formar una imatge o es podrien detectar, per exemple, amb un detector SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry). El feix de ions incidents té un diàmetre molt petit i això possibilita obtenir imatges de gran resolució. Tot i això, amb un SEM s'obté una imatge amb més resolució que amb un FIB.

També es poden produir reaccions de CVD (Chemical Vapor Deposition) que reben el nom de FIBID (FIB - Induced Deposition). Això succeeix quan, en combinació amb el feix incident, es produeixen reaccions químiques que interaccionen amb la superfície del material formant nous compostos. Aquest fet és possible, per exemple, si s'introdueixen gasos reactius prop de la zona d'interacció entre els ions i la superfície de la mostra. Les molècules de gas descomposaran només en presència del feix i, per tant, si s'allarga el procés es pot dipositar material a la zona d'interacció triada. L' objectiu en aquests processos és dipositar a la superfície els materials desitjats o, segons el gas triat, es pot aconseguir sputtering selectiu d'alguns materials de la mostra. Aquest darrer procés s'anomena FIBIE (FIB – Induced Etching).

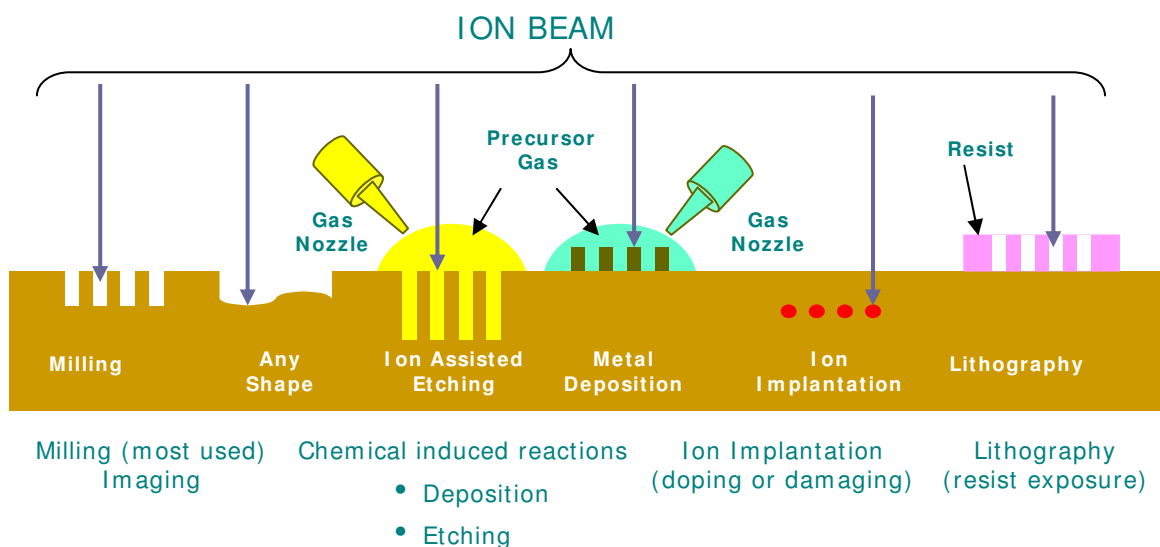


Figura 2.2_1. Interaccions ions – sòlid i ions – gas – sòlid utilitzades durant els processos FIB

Hi ha diverses possibilitats per utilitzar com a font de ions en un FIB: Ar^+ , He^+ , H^+ , Xe^+ , etc. A la pràctica, els FIB's comercials han triat una font líquida de ions metàl·lics (LMIS): Ga^+ . Les raons per triar ions de gal·li són varies:

- Té una temperatura de fusió de $29,8^\circ$ (propera a temperatura ambient)
- Alt rendiment degut a l'alta vida útil de la font.
- La baixa pressió del vapor de Ga permeten usar-lo en forma pura ja que el líquid no s'evaporarà.
- Té bones propietats mecàniques i elèctriques i empitjora poc el buit.
- Les seves propietats d'emissió permeten alta intensitat molt focalitzada.

L'habilitat de fer milling, imatges i dipositar material fent servir el FIB depèn enormement de la naturalesa de les interaccions feix de ions – mostra (sòlid). El milling es produeix com a resultat de l'sputtering físic de la mostra. L'sputtering succeeix com a resultat d'una sèrie de col·lisions elàstiques on es transmet l'energia dels ions incidents als àtoms del material receptor produint una regió afectada i arrencant material de forma localitzada. Com s'exemplifica a la figura 2.2_2, part dels ions incidents produeixen sputtering (de primer ordre) a la mostra. Una part del material arrancat i dels ions incidents rebotats produiran redeposició (de primer ordre) i d'altres poden produir novament sputtering (de segon ordre). Aquest procés es pot anar repetint n cops mentre hi hagi energia.

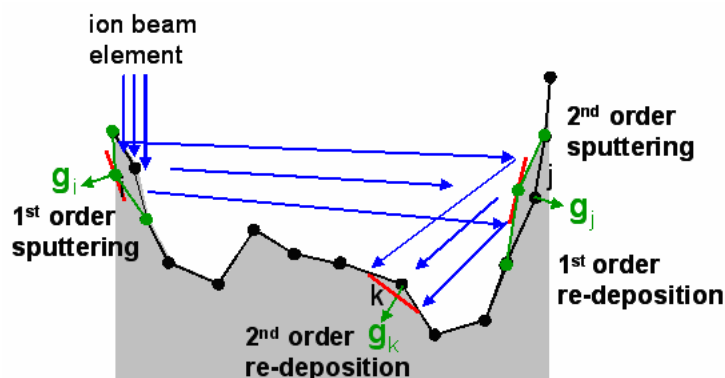


Figura 2.2_2. Efectes de bombardejar amb ions una superfície.

Depenent del tipus de material que es bombardeja, el volum de material arrancat és diferent (A 30kV: $\text{Si} = 0,27 \mu\text{m}^3/\text{nC}$; $\text{Si}_3\text{N}_4 = 0,2 \mu\text{m}^3/\text{nC}$; $\text{C} = 0,18 \mu\text{m}^3/\text{nC}$; $\text{Al} = 0,3 \mu\text{m}^3/\text{nC}$; $\text{Au} = 1,5 \mu\text{m}^3/\text{nC}$; $\text{Ni} = 0,14 \mu\text{m}^3/\text{nC}$). També l'angle d'incidència dels ions

(com en el cas de la producció d'electrons retrodispersats quan es bombardeja amb e^-) té un efecte important en l'sputtering. La següent figura ho exemplifica (figura 2.2_2)

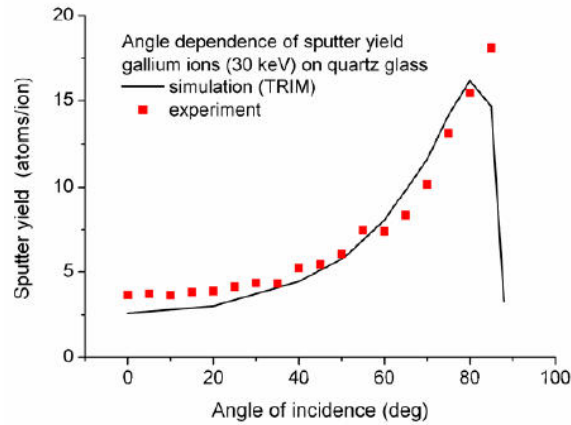


Figura 2.2_3. Dependència de l'angle d'incidència dels ions sobre la quantitat d'sputtering realitzat.

Resumint, el bombardeig d' e^- sobre una mostra permet realitzar imatges topogràfiques i amb informació composicional de la mostra, mentre que el bombardeig de ions focalitzats produeix efectes locals d'arrencament de material, redeposicions del material arrancat, implantació, amorfització i, combinat amb gasos, la deposició o etching selectiu induït per ions.

Capítol 3. L'equip Crossbeam 1560 XB

3.1. Hardware Crossbeam 1560 XB

3.1.1. Descripció de l'equip

El Crossbeam 1560 XB és un model de FIB fabricat i comercialitzat per Carl Zeiss. Aquest equip presenta peculiaritats respecte a altres FIB que, juntament amb els complements que té instal·lats, el fa una eina molt útil en la investigació, l'anàlisi i el desenvolupament.

Els components de l'equip son:

- Columna FIB de ions de Ga^+
- Columna SEM FE (Field Emission).
- Detector Inlens.
- Detector SE2.
- Stage motoritzat en 6 eixos.
- 2 càmeres CCD per posicionar la mostra.
- Cambra de buit de 520mm de diàmetre i 300mm d'alçada. Permet l'accés complert a oblees de 6".
- Pre-cambra de buit per agilitzar el canvi de mostra.
- Sistema GIS (Gas Injection System) que:
 - En combinació amb els ions de Ga^+ del FIB, permet 5 possibilitats:
 - Deposició de Pt
 - Deposició de W

- Deposició d'aïllant elèctric
- Atac reactiu amb XeF_2 .
- Atac reactiu amb aigua (aplicacions sobre polímers i resines)
- Combinat amb el SEM permet:
 - Deposició de Pt.
 - Deposició de W.
 - Deposició d'aïllant elèctric.
- 3 nanomanipuladors que permeten realitzar contactes elèctrics i preparar lamel·les TEM (in-situ lift-out).
- Equip de litografia Raith que, dissenyant o carregant arxius *.gds, permet navegar per tota la mostra “a les fosques” (sense exposar-la) i prendre control de la columna FIB o SEM i fer litografia per feix de ions o d'electrons.

Una característica que el fa diferent a altres equips és que permet operar en “on-line imaging”. El concepte “on-line imaging” es refereix a la possibilitat de treballar amb el FIB mentre s'observa, a temps real, el que està succeint mitjançant la columna SEM.



Figura 3.1.1_1. CrossBeam 1560XB al laboratori FIB de la ICTS (CNM-IMB)

3.1.2. Columna SEM

La font d'emissió d'electrons del SEM és de tipus Schottky emissió de camp per temperatura (Càtode de ZrO/W). La punxa Schottky FE (Field Emission) consisteix en una punxa cristal·lina de wolframi orientada $\langle 100 \rangle$ en un reservori d'òxid de zirconi (figura 3.1.2_1). La punxa s'escalfa a aproximadament 1800K. L'ús de ZrO redueix l'energia d'emissió dels electrons de 4,6 a 2,48 eV. El SEM disposa de 6 obertures que determinen l'amperatge emès, es tracta de les obertures de 7,5 μ m; 10 μ m; 20 μ m; 30 μ m; 60 μ m i 120 μ m. S'acceleraran els electrons amb un voltatge de 8kV si l'acceleració a la columna (EHT) és inferior a 20kV.

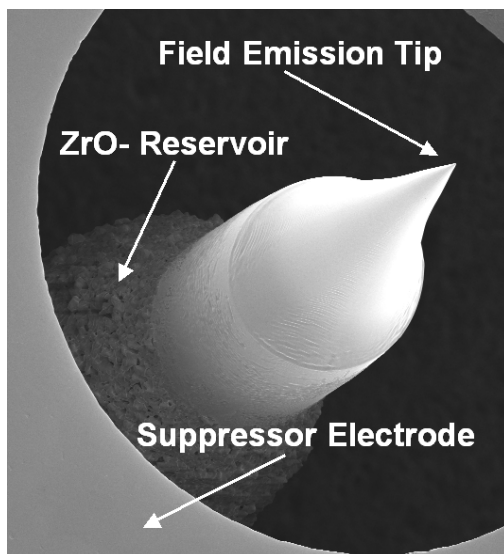


Fig. 3.1.2_1. Font d'electrons

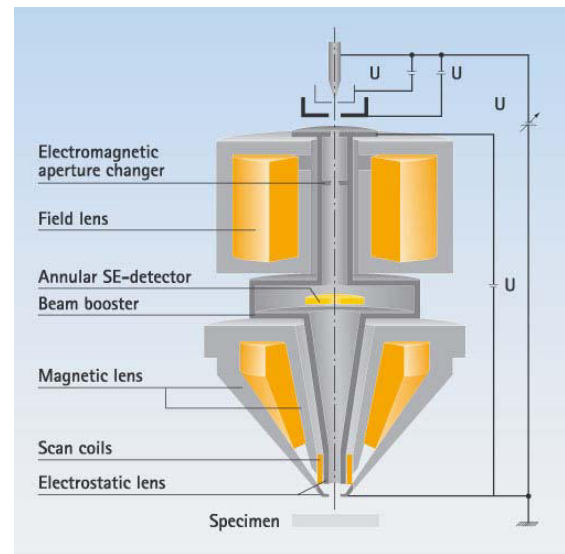


Fig. 3.1.2_2. Columna SEM

Els electrons són accelerats a la columna del SEM que està assemblejada verticalment a la cambra de buit. Es pot regular el valor d'acceleració dels e^- a la columna entre 100V i 30kV amb steps (increments) de 10V. Els e^- , abans d'arribar a la mostra, es trobaran amb la lent d'objectiu que crearà un camp elèctric oposat que reduirà el potencial dels electrons en 8kV (degut a l'*electrostatic lens* de la figura 3.1.2_2). Així l'energia dels electrons, quan arribin a la mostra, correspondrà al valor del voltatge d'acceleració a la columna (triat per l'usuari segons les necessitats). El gran avantatge d'aquest disseny és que, per aplicacions que requereixin baix voltatge, els electrons només hauran de passar una distància petita a baixa energia, que serà la distància entre la lent d'objectiu i la superfície de la mostra. A més a més, l'*electrostatic lens* és la responsable que es pugui treballar amb el FIB i fer imatge SEM al mateix temps.

A 10kV d'acceleració, amb l'obertura de 30 μ m, el SEM emet de l'ordre de 240pA. El rang de corrent, segons l'obertura i l'acceleració (voltage), pot anar entre 4pA i 20nA. La següent taula recull informació sobre resolució del SEM sota unes condicions determinades de distància de treball WD (working distance) i voltage d'acceleració:

Diàmetre del feix	WD	Voltage d'acceleració
1,1nm	2mm	20kV
1,5nm	2mm	10kV
2,5nm	2mm	1kV

Taula 3.1.2_1. Diàmetre del SEM en funció de la WD i el voltage d'acceleració dels e^- .

3.1.3. Columna FIB

El principi de funcionament del Focused Ion Beam (FIB) té força similituds amb el Scanning Electron Microscope (SEM), un feix de partícules carregades escombra la superfície de la mostra. En el cas del FIB el feix té càrrega positiva, es tracta de ions de Ga^+ .

El FIB disposa de 7 obertures que permeten treballar amb 15 valors de corrent de feix. Aquests valors van de 1pA a 20nA.

Els ions s'acceleren a la columna FIB que està assemblejada formant 54° amb la columna SEM i 36° amb l'horitzontal. L'acceleració a la columna pot prendre valors d'entre 3kV a 30kV. Treballant a 30kV el diàmetre del feix és de 7nm.

La deflexió del feix es produeix de forma diferent a la columna SEM i la columna FIB. El SEM té lents electrostàtiques i magnètiques i el FIB només en té d'electrostàtiques. Això és deu, bàsicament, a que els ions tenen més massa que els electrons i això condiciona que als electrons s'hagi d'usar, a banda de lents electrostàtiques, lents magnètiques.

3.1.4. Detectors d'electrons.

L'equip té instal·lats 2 detectors d'electrons, el detector Inlens i el SE2. Tant si es treballa amb el SEM com amb el FIB el que es detectarà seran electrons.

3.1.4.1. Detector In-lens.

El detector In-lens detecta els electrons secundaris de la mostra i, segons la geometria i la posició d'aquesta respecte al feix primari i respecte a les lents electrostàtiques i electromagnètiques, l'eficàcia de recol·lecció d' e^- variarà. Aquest detector està situat sobre la lent d'objectiu i detecta directament en la trajectòria del feix. El camp electrostàtic que crea la lent d'objectiu (*electrostatic lens* a la figura 3.1.2_2) per desaccelerar els e^- primaris en 8kV actuarà de camp d'acceleració per als electrons secundaris generats a la superfície de la mostra. Els electrons secundaris seran absorbits, re-accelerats i focalitzats pel camp electromagnètic cap al detector In-lens. La figura 3.1.4.1_1 mostra quins electrons secundaris es poden detectar amb l'In-lens i quin camí seguiran.

El detector es pot fer servir per voltatges d'acceleració inferiors a 20kV. Per voltatges més alts de 20kV l'electrostatic lens i l'In-lens detector deixen de treballar. L'eficàcia del detector està molt relacionada amb l'electrostatic lens. La intensitat del camp electrostàtic disminueix amb la distància i, per tant, la WD serà un factor determinant per obtenir una bona imatge. La senyal també es veu afectada per la direcció de la superfície de la mostra. Si la mostra està molt inclinada (tiltada) s'afecta a l'angle d'emissió dels electrons, quan menys s'inclini la mostra millor imatge es podrà obtenir amb l'In-lens detector.

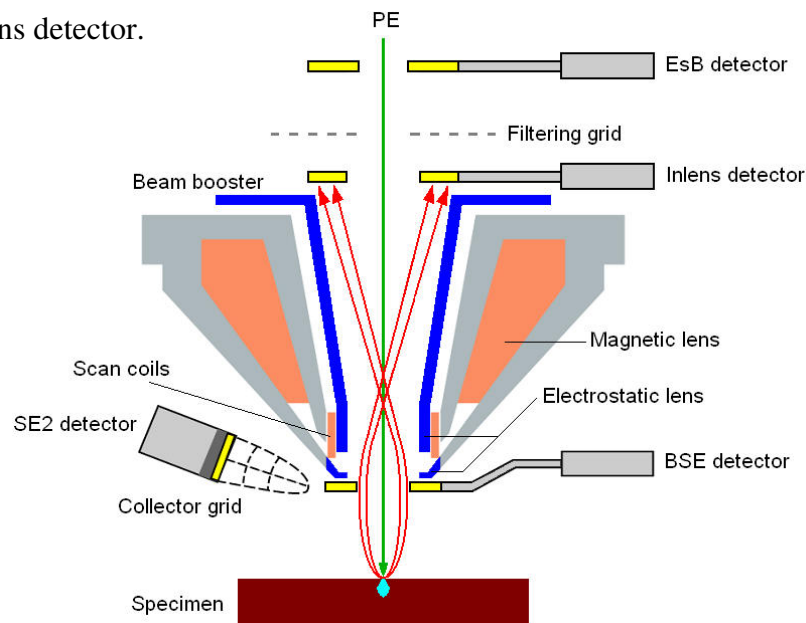


Figura 3.1.4.1_1. Trajectòria dels e^- que detecta l'In-lens detector.

3.1.4.2. Detector SE2.

El detector SE2 (Everhardt Thornley detector) està montat a una paret de la cambra de treball. Degut a l'assemblatge, aquest detector veu la mostra de forma lateral. El SE2 permet la detecció d'electrons secundaris i electrons retrodispersats (backscattered electrons). A la figura 3.1.4.2_1 hi ha indicat el recorregut dels e^- detectats.

Una forma d'afavorir la detecció d'electrons amb el SE2 és inclinar la mostra. El detector pot treballar a alts voltatges. Si el voltatge és baix, l'eficàcia en la detecció baixa. La distància de treball també juga un paper molt important alhora d'obtenir una bona senyal. Si es treballa a WD molt petites apareixen els anomenats shadow effects (efecte d'ombres) ja que la mostra estarà molt propera a la lent final i, per tant, molts electrons seràn deflactats pel camp elèctric del electrostatic lens. D'altra banda aquest detector és ideal per WD grans, és a dir, és ideal per posicionar la mostra.

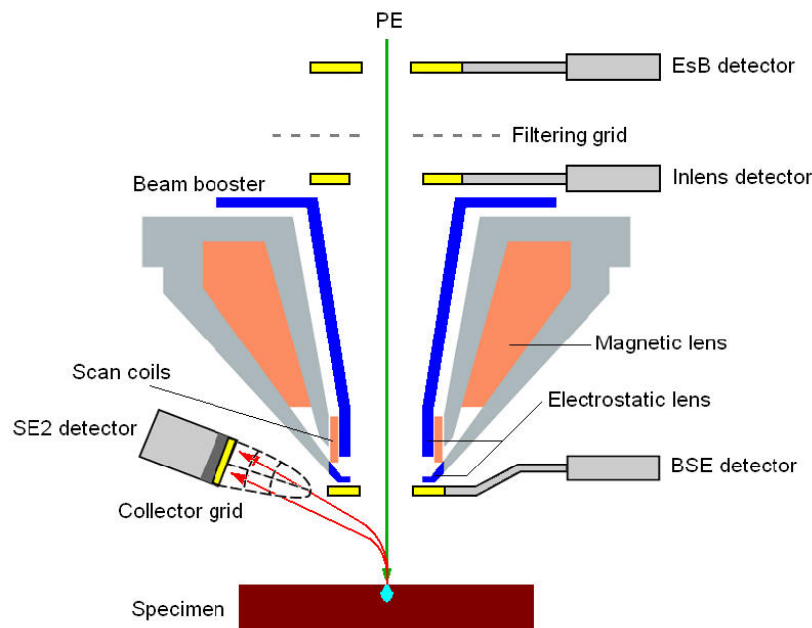


Figura 3.1.4.2_1. Trajectòria dels e^- que detecta el SE2 detector.

3.1.5. Stage.

L'Stage disposa de 6 eixos motoritzats. Per controlar aquests eixos disposa de dos joysticks. Els eixos son:

Eix	Tipus de moviment	Límit de moviment
X	Moviment en X	152 mm
Y	Moviment en Y	152 mm
Z	Alçada	43 mm
R	Rotació	360° de forma continua
T	Inclinació (tilt)	-15° a 60°
M	Ajust del punt eucèntric	10 mm

Taula 3.1.5_1. Moviment dels 6 eixos de l'stage .

El punt eucèntric (taula 3.1.5_1) es refereix al punt que, tot i variar l'inclinació de la mostra, no variarà la posició del feix sobre la mostra respecte X i Y. D'aquesta manera, un cop ajustat M, es pot variar la inclinació (tilt) de la mostra sense perdre el punt d'interès. Aquest és un pas previ que cal realitzar si es vol treballar amb una certa inclinació i, si es vol fer ús del FIB, inevitablement caldrà fer-lo.

3.1.6. Cambres de buit.

L'equip té dues cambres de buit, una que és la cambra de treball i una altre que és la pre-cambra de buit.

Disposant de la pre-cambra s'agilitza el canvi de mostres escurçant-ne el temps i, de retruc, s'evita notablement contaminar la cambra de treball. El buit s'assoleix amb una bomba independent per aquesta cambra. Una botonera permet controlar la purga (ventilant amb N₂ es trenca el buit possibilitant el canvi de mostra), l'activació de la bomba de buit i l'obertura i tancament de la comporta que la separa de la cambra de treball.

La cambra de treball té unes dimensions de 520mm de diàmetre i 300mm d'alçada. D'aquesta forma es té accés complert a oblees de 6". La cambra disposa de dues

bombes de buit, una tipus rotatòria i una altre de turbo. La bomba rotatòria treballa des de pressió atmosfèrica fins a valors entre 10^{-3} i 10^{-4} mbar. La bomba turbo pot aconseguir valors de buit de l'ordre de 10^{-6} i 10^{-7} mbar i comença a treballar un cop la rotatòria pràcticament ha assolit el seu valor límit.

La cambra de treball disposa de diferents ports on, en aquests moments, hi ha instal·lats 3 nanomanipuladors en single port (muntats independents), el sistema d'injecció de gasos GIS en un únic port, les 2 columnes, el detector SE i 2 càmeres CCD per tenir una visió completa dins la cambra. L'equip disposa de ports extra per si, en el futur, es vol ampliar o incorporar noves funcions. Per ventar aquesta cambra també s'utilitza N_2 i, per poder fer-ho, s'ha de tancar prèviament les vàlvules de les columnes.

3.2. Software Crossbeam 1560 XB

El Software emprat en aquest equip és l'Smart SEM. Aquest programari permet controlar l'emissió de la columna SEM i treballar amb les aplicacions del FIB (gràcies al FIB server). El sistema pot operar en tres modes diferents.

D'una banda es pot treballar amb el CrossBeam usant el feix d'electrons i fent blanking (deflexió del feix a una zona coneguda fora de la mostra) del feix de ions. D'aquesta forma el sistema opera com un SEM d'emissió de camp de gran resolució.

D'altra banda també es pot treballar amb el feix d'electrons blanked i usar el feix de ions. Una imatge FIB es pot utilitzar per fer anàlisi de grans, fer una imatge de contrast de voltatge i per definir àrees de milling.

El tercer mode de funcionament és una combinació dels altres dos. Aquest mode s'anomena CrossBeam operation o on-line imaging. Els 2 feixos estan engegats i, mentre el FIB treballa (pot fer milling, etching, deposicions,...), el SEM s'utilitza per visualitzar a alta resolució i a temps real el que està succeint. Els dos feixos coincideixen, aproximadament, a una WD de 5mm respecte el SEM i 12mm respecte el FIB. Trobar el punt de coincidència sobre la mostra és un pas previ que cal realitzar.

3.3. Nanomanipuladors Kleindiek

L'equip disposa de 3 manipuladors dins de la cambra de treball. Es controla el seu moviment a través de les interfícies de control. Aquests manipuladors estan connectats a l'exterior a través d'un feedthrough o "passa-muros", d'aquesta forma es pot aplicar una senyal elèctrica d'entrada o obtenir-ne una de sortida des de fora la cambra sense haver de trencar el buit.

Els components dels 3 nanomanipuladors Kleindiek son:

- 3 Manipuladors motoritzats en 3 eixos.
- 1 porta - puntes a cada manipulador.
- 1 punta col·locada a cada porta - puntes.
- 3 NanoControl device, son els dispositius de control electrònic que reben i interpreten la senyal d'entrada del joystick o dels potenciòmetres del panell del NanoControl.
- 3 Fonts d'alimentació per subministrar el corrent als Nanomanipuladors.
- 3 Joypad
- 3 Interconnexions compatibles amb el buit muntades dins la cambra.
- Un mòdul de connexió I/O.

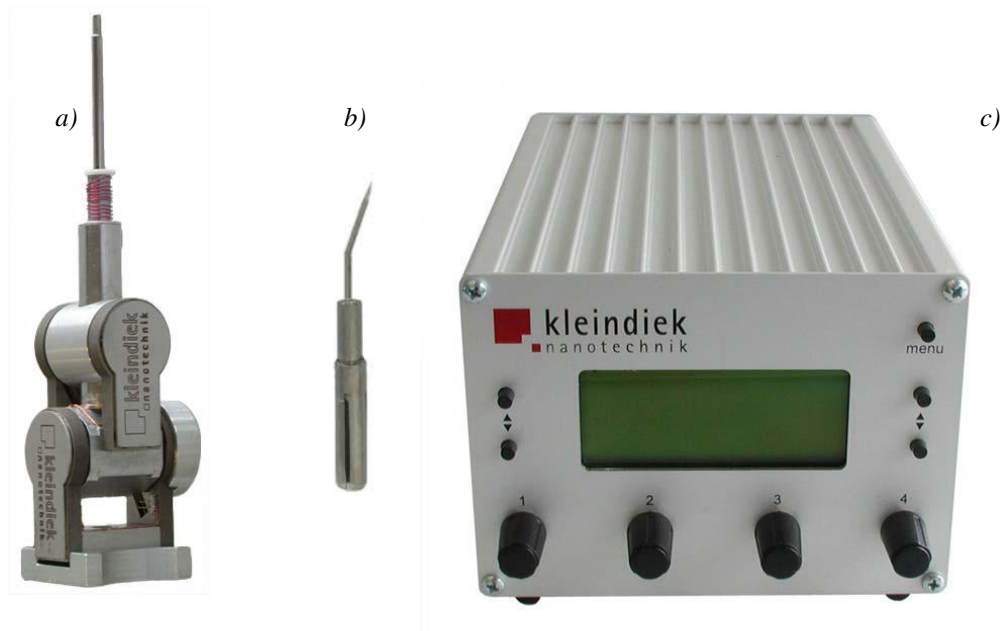


Figura 3.3_1. D'esquerra a dreta: a) 1 Manipulador amb 1 porta - puntes (instal·lat dins la cambra de treball), b) 1 porta - puntes amb 1 punta (assemblat dins del manipulador) i c) NanoControl device per controlar el moviment d'un nanomanipulador.

Els manipuladors disposen de diferents tipus de moviment, 6 marxes serveixen per regular-ne la velocitat. Un motor piezoelèctric habilita moviments fins (marxa 1 i 2) d'un pas d'uns 0,25 nm amb un rang d'actuació aproximadament d'1µm. Es pot graduar el moviment fins a obtenir velocitat alta (marxes de 3 a 6) on el rang és tot el recorregut del manipulador i el pas poden ser varis mil·límetres.

3.4. GIS, sistema d'injecció de gasos.

El GIS (Gas Injections System) es un instrument que, utilitzat en combinació amb el FIB o el SEM, amplia les capacitats de nanomecanització. El procés resultant rep el nom de CVD (Chemical Vapor Deposition) i permet dipositar varis materials localitzadament i, a més a més, permet fer atacs reactius.

Quan un flux de gas i un feix de ions o electrons es troben sobre la mateixa àrea d'una mostra un nou fenomen apareix degut a la descomposició de les molècules de gas.

Amb un **gas reactiu** (fluorine o vapor d'aigua) el milling produït pel FIB es veu, en alguns casos, acompanyat d'una reacció química. Quan es formen espècies volàtils el nivell d'sputtering s'incrementa i la redeposició de material es redueix. Com que l'afectació produïda per aquest fenomen depèn del material això es pot usar per fer etching de forma selectiva, com ara despassivar un circuit integrat (l'aïllant serà atacat en major grau que els metalls). La següent taula mostra l'afectació en l'sputtering rate pel fet d'aplicar el GIS:

Substrat	Injecció de gas	
	XeF ₂	H ₂ O
Si	10-100	0
SiO ₂	6-10	0
Al	0	0
W	10	
PMMA		19
Diamant		11

El increment de la velocitat d'sputtering es defineix com la diferència entre la velocitat d'sputtering amb gas i la velocitat d'sputtering sense gas: els valors per sobre de 2 impliquen increments de velocitat i els valors marcats amb 0 indiquen que el gas atura o frena la reacció.

Per altra banda, utilitzant altres compostos és possible que la descomposició de les molècules pel feix de ions o el d'electrons provoqui **deposició local** de material. Això possibilita la creació de micro i nanoestructures. La següent taula mostra les deposicions disponibles en aquests moments:

Deposició	Precursor sòlid metalorgànic	Principals aplicacions
Tungstè (W)	$W(CO)_6$	- Preparació de lamel·les TEM. - Connexions elèctriques. - Nanoestructures.
Platí (Pt)	$(Me_3)MeCpPt$	
Òxid de silici	PMCPs	Aïllar elèctricament.

La combinació FIB+GIS i E-Beam+GIS presenta els següents trets diferencials:

FIB + GIS	e-beam + GIS
Es produeix sputtering que pot destruir lleugerament la superfície de la mostra.	No es produeix sputtering
S'implanta ions durant la deposició amb GIS	No hi ha implantació
La deposició és més ràpida	La deposició és més lenta
Es pot fer atac reactiu/selectiu	Atac reactiu molt menys significatiu

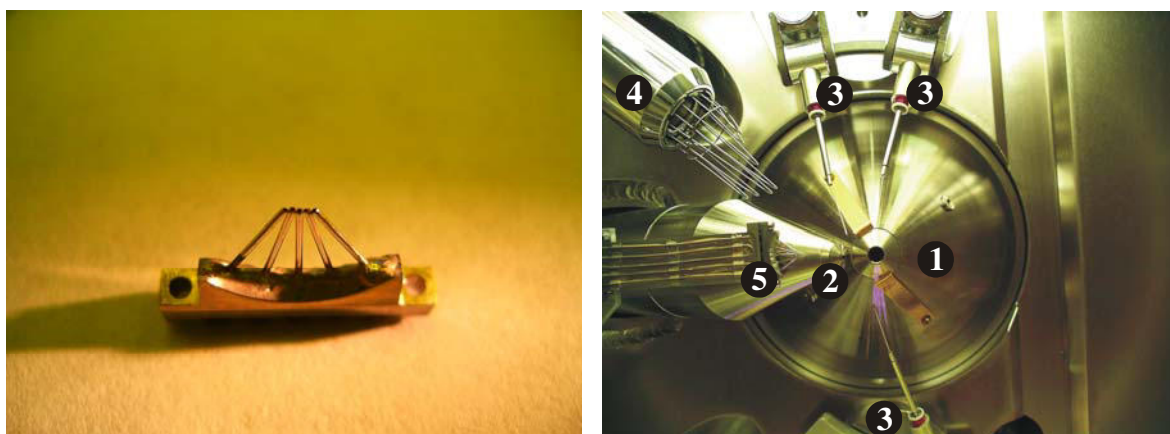


Figura 3.4_1. D'esquerra a dreta: a)Capil·lars del GIS , b) Cambra de treball per dins, es pot veure la columna d'electrons (1) i la de ions (2), els 3 nanomanipuladors(3),el detector SE (4) i el GIS (5) .

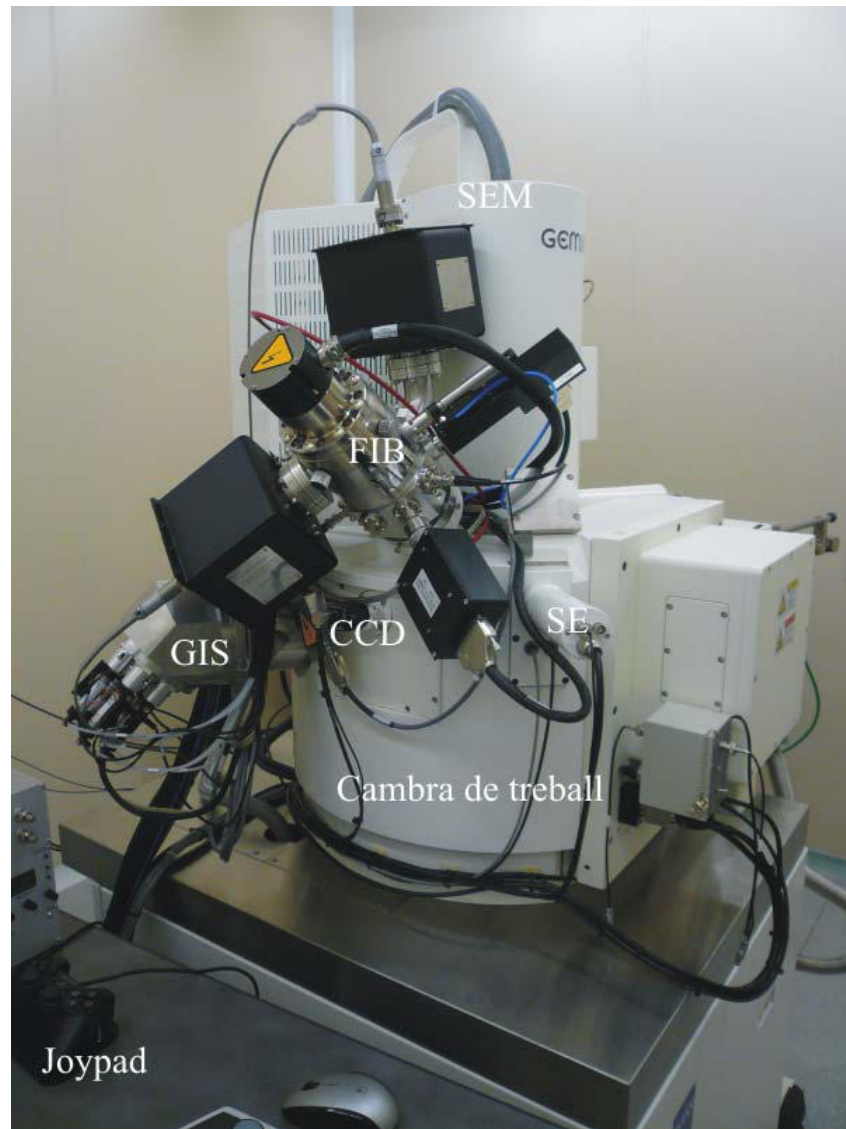


Figura 3.4_2. CrossBeam 1560 XB. Visió lateral.

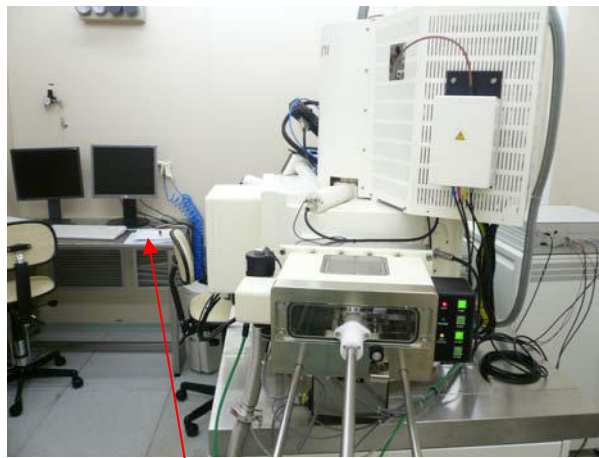
3.5. Equip de litografia Raith (litografia per feix de ions i d'electrons).

L'equip Crossbeam 1560XB disposa d'un mòdul de control del feix (ions/e⁻) juntament amb el software de litografia i un beam blanker per deflactar el feix d'e⁻.

Aquest accessori permet realitzar litografia per feix de ions o per feix d'electrons. L'equip de litografia pren control del feix seleccionat i fa les accions que s'hagin programat. Triant les condicions de dosi, corrent, temps, pas d'spot entre altres paràmetres, amb la possibilitat de realitzar dissenys complexes, l'equip pot treballar autònomament sobre qualsevol punt d'una oblea de 6". El software de Raith permet

llegir arxius *.gds i compatibilitzar la litografia d'electrons o ions amb la fabricació d'estructures. Totes les opcions necessàries per fer litografia estan integrades en un mateix software, des de dissenyar estructures, programar els paràmetres d'exposició, alinear els feixos i repetir les exposicions.

L'Electrostatic Beam Blanker és una eina essencial per les aplicacions litogràfiques per feix d'electrons. Aquesta opció pot fer blanking (desviar el feix a una zona coneguda i fora de la mostra) del feix d'electrons amb una velocitat d'1ns.



Raith Litho System

3.6. Instal·lació i posta a punt de l'equip.

3.6.1. Requeriments de l'equip i serveis necessaris.

L'equip s'ha d'instal·lar en un entorn d'ambient controlat pel que fa a partícules. La humitat, temperatura i pressió de la sala han de ser constants i s'han de poder controlar. Les condicions necessàries son:

- Temperatura ambient aproximadament de 21°C estable $\pm 1^\circ\text{C}$.
- Humitat relativa inferior al 65%.

A més a més, és preferible evitar al màxim totes les vibracions que es puguin produir durant l'ús de l'equip. Aquesta observació inclou tots els elements que en generin, ja siguin fenòmens intrínsecs o extrínsecs de l'equip o de la instal·lació. S'aconsella:

- Vibracions del terra inferiors a:
 - 2 $\mu\text{m/sec}$ per freqüències inferiors a 15Hz (molt baixa freqüència)
 - 20 $\mu\text{m/sec}$ per freqüències superiors a 15Hz.
- Soroll acústic inferior a:
 - 50 dB de freqüències superiors a 200Hz.
 - 35 dB de freqüències inferiors a 200Hz.

Pel correcte funcionament de l'equip es requereix d'alguns serveis. Aquests serveis consisteixen en :

- Subministrament de nitrogen gas a una pressió entre 0,2 i 0,3 bar (per ventar les cambres). La puresa necessària ha de ser del 99,996% i el consum, quan la cambra està oberta, és de 3 l/min.
- Aire comprimit (per commutar les vàlvules de l'equip) a una pressió d'entrada de 6 bar.
- Circuit tancat de refrigeració (s'aconsegueix amb el chiller o refrigerador que inclou l'equip). La velocitat de circulació de l'aigua serà major a 2 l/min a una pressió d'entrada entre 2 i 3 bar. La temperatura de l'aigua estarà entre 18 i 22°C.
- Sortida exterior de gasos connectada a la sortida de la bomba rotatòria
- Corrent elèctric, tensió de 220 V altern (+5%, -10%), freqüència de 50 (o 60) Hz, potència consumida de 3300 VA i, preferiblement, amb un terra independent per evitar sorolls elèctrics.

3.6.2. Laboratori del FIB

Per poder garantir un ambient controlat s'ha optat per ubicar l'equip a la Sala Blanca del IMB-CNM (ICTS) on es garanteix el control de l'ambient, la temperatura, la humitat i la sobrepressió.

S'ha instal·lat sobre una llosa antivibratòria que esmorteix les vibracions del terra. Tot i això l'equip disposa de mesures per atenuar l'efecte de les vibracions ja siguin

acústiques o mecàniques. Aquestes mesures inclouen gomes a la zona de contacte entre l'equip i el terra (redueix l'efecte de les vibracions d'alta freqüència) i el fet que l'equip està construït sobre una plataforma flotant.

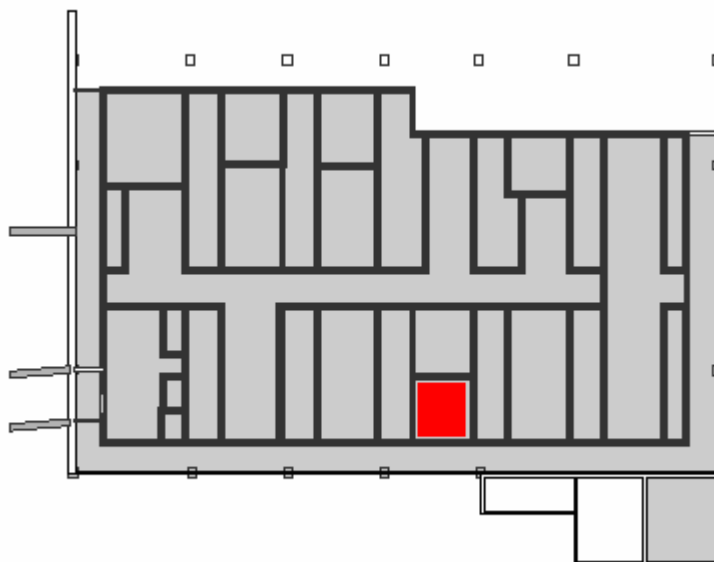


Figura 3.6.2_1. Ubicació del Laboratori del FIB a la Sala Blanca del IMB-CNM

3.6.3. Impacte ambiental.

Per analitzar l'impacte ambiental de l'equip cal estudiar les possibles fonts d'emissió de contaminants durant el funcionament.

El fabricant recomana que l'extracció d'aire de la cambra de treball es realitzi cap a una zona ventilada o cap a l'exterior. Les partícules resultants d'operar amb l'equip van des de ions de diferents espècies (gal·li del FIB i d'altres elements segons les mostres amb que es vulgui treballar) a compostos resultants de treballar amb el GIS.

Tot i això les quantitats d'espècies alliberades (si s'evacuen en una zona ventilada) es considera pràcticament negligible. Per exemple, el cartutx de Pt conté 2g i es preveu que la vida útil d'aquest consumible sigui d'un any. Per tant, durant un any i tenint en compte el Pt dipositat, el Pt evacuat serà inferior a 2g.

Els serveis que consumeix l'equip també poden ocasionar impacte en el medi ambient. Això agrupa termes de consum elèctric i de nitrogen i, a més a més, el manteniment de les bombes, el chiller i el consum de recursos per mantenir el laboratori del FIB com a sala blanca de classe 100.

El soroll generat per l'equip està per sota de 65dB que, segons la OMS, és el llindar que indica que no produirà efectes nocius de caràcter acústic. De fet, si el soroll fos superior a aquesta quantitat, l'equip no treballaria en condicions òptimes.

El CrossBeam genera radiació. Tot i això es compleix les següents directrius:

- EN 50081-2: Compatibilitat electromagnètica i de radiacions. Norma genèrica d'emissió. Part 2: entorn industrial.
- EN 50082-2: Compatibilitat electromagnètica i de radiacions. Immunitat.
- EN 61010-1: Requeriments de seguretat d'equips elèctrics de mesura, control i ús en laboratori.
- 80/336/EEC: Compatibilitat electromagnètica.
- 73/23/EEC: Directiva de baixa tensió.

Es considera que l'impacte que l'equip pot ocasionar electromagnèticament entra dins de les directrius vigents a Europa.

Capítol 4. Aplicacions

Per la naturalesa i prestacions del Crossbeam 1560 XB hi ha multitud d'aplicacions possibles. En aquest projecte es fa especial menció a les aplicacions inicials sorgides de les necessitats tecnològiques i d'investigació del clúster BNC-b. Aquestes es classifiquen en:

- Inspecció.
- Preparació de mostres TEM.
- Edició de circuits.
- Nanofabricació.
- Nanolaboratori.

4.1. Inspecció

Una de les aplicacions més versàtils, i de gran interès a diversos camps de la ciència i l'enginyeria, és la inspecció de seccions de dispositius i de mostres estructurades en multicapes. Les seccions poden donar informació en profunditat de la composició i estructura d'una determinada mostra de forma localitzada i més neta que per mètodes tradicionals (s'evita ratllades, dislocacions i defectes en general).

4.1.1. Seccions

Tot seguit s'analitzaran alguns exemples de seccions realitzades durant aquest projecte. Cal recordar que les seccions són proves destructives.

A. Dispositius en superfície: Estudi de les dimensions de canals de Si.

En aquest cas es vol obtenir les dimensions de canals situats a la superfície d'un xip de silici. La figura 4.1.1_1 mostra un canal i la seva amplada amb una imatge SEM (si no es diu el contrari es considerarà que les imatges s'han fet amb el SEM). Per poder veure la profunditat del canal s'ha fet una secció amb el FIB, a la figura 4.1.1_2 es mostra la secció i la profunditat del canal (aquesta imatge ha estat corregida per software). Com que el SEM "veu" la superfície de la mostra inclinada 54° s'ha de modificar la imatge 36° (angle complementari) per poder mesurar la profunditat de les seccions.

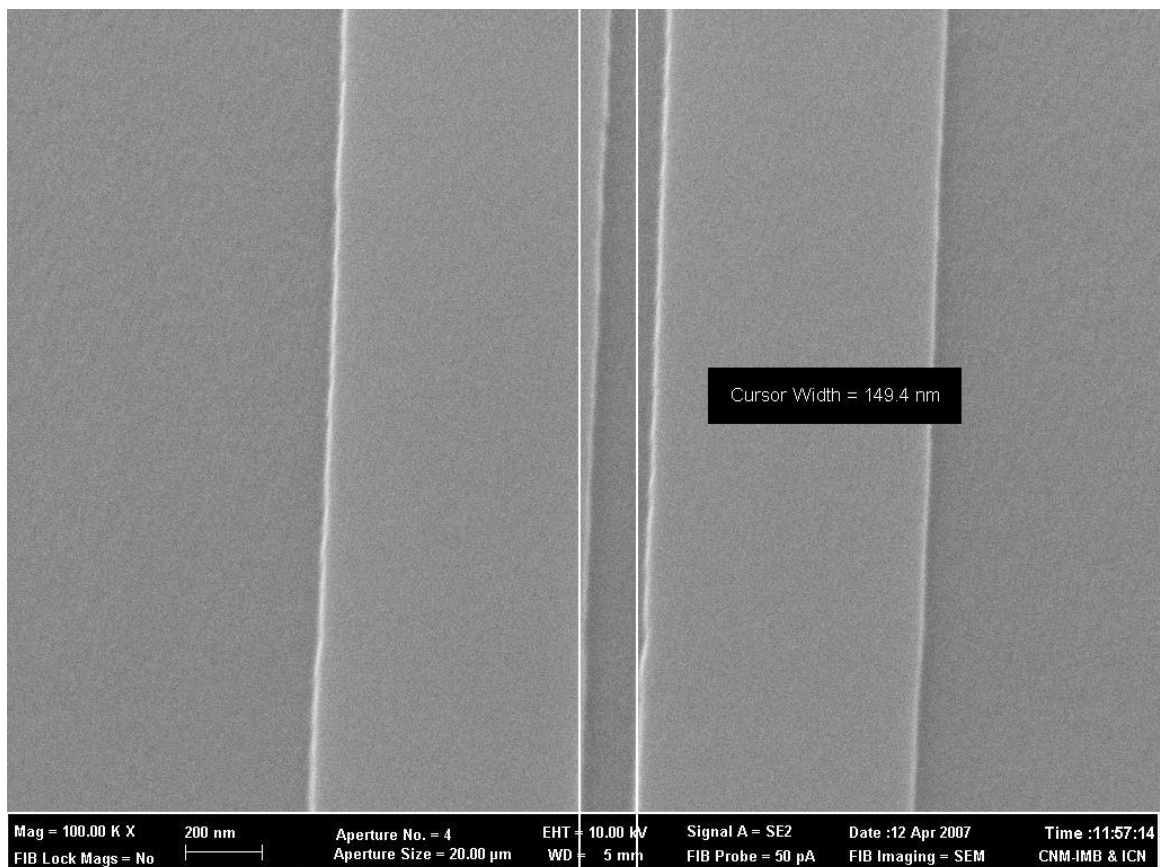


Figura 4.1.1_1. Guix del canal de silici.

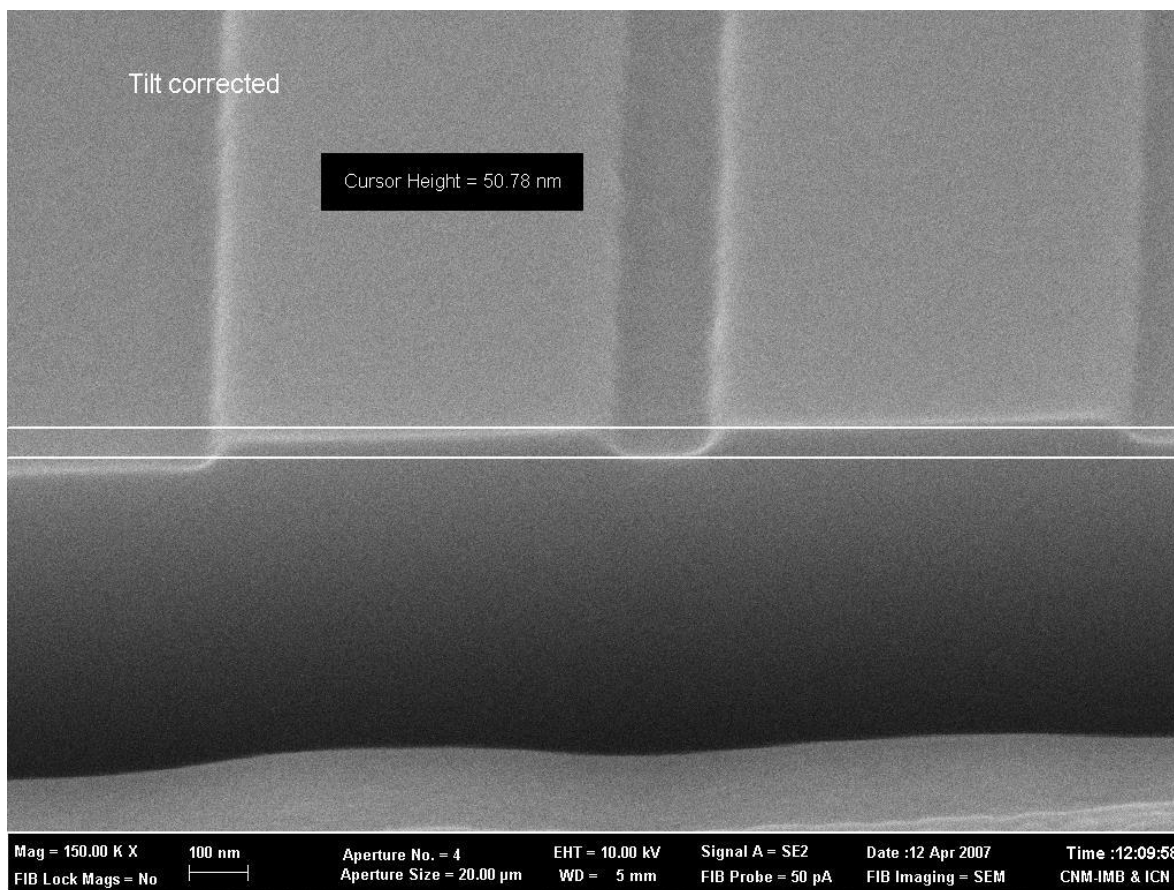


Figura 4.1.1_2. Profunditat del canal.

Per fer una secció és molt útil moure la mostra fins al punt de coincidència entre els dos feixos (el de ions i el d'electrons) per possibilitar l'adquisició d'imatges durant el procés en temps real. Abans de començar a treballar amb els ions, fent imatge amb el SEM es posiciona la mostra sobre el punt desitjat. Tot seguit es fa la imatge FIB a baix corrent i el més ràpidament possible per no danyar el dispositiu o la mostra. Es congela la imatge i llavors es tria el tipus de milling que es vol realitzar.

El milling amb FIB es pot programar des de 3 entorns diferents: l'entorn bàsic, l'entorn de geometries complexes i l'entorn de litografia per feix de ions. L'entorn bàsic permet fer milling amb 3 geometries diferents: línies rectes, àrees quadrades i àrees trapezoides. L'entorn de geometries complexes permet realitzar cercles, polígons, escriure texts, fer corbes i gravar imatges bitmap sobre els materials. El darrer entorn consisteix en fer ús de l'equip de litografia Raith (aquest és el mode que permet tenir més control sobre els paràmetres d'exposició).

Per fer seccions normalment es tria l'entorn bàsic de milling i es dibuixa una àrea de treball quadrada sobre una imatge FIB. Dels diferents modes de treball que ofereix l'entorn bàsic (*mill for time*, *mill for depth*, *deposition vs. thickness* i *deposition mode*) per fer seccions, normalment, es fa servir *mill for depth*. La diferència entre un mode i un altre resideix en els paràmetres que hom pot triar. Per exemple, a *Mill for Depth* és molt útil conèixer l'afectació d'sputtering (*sputter rate*) del material bombardejat i, així, el programa pot calcular el temps per assolir la profunditat desitjada. La base de dades del programa inclou les dades d'sputter rate del silici, per la resta de materials es farà estimacions aproximades amb els resultats observats. En el mode de treball *Mill for Time* el programa calcula l'estona que el feix incidirà sobre cada punt a partir del temps, les dimensions de l'àrea i la distància de pas que ha triat l'usuari. La profunditat assolida dependrà de tots aquests paràmetres i, per descomptat, del material bombardejat.

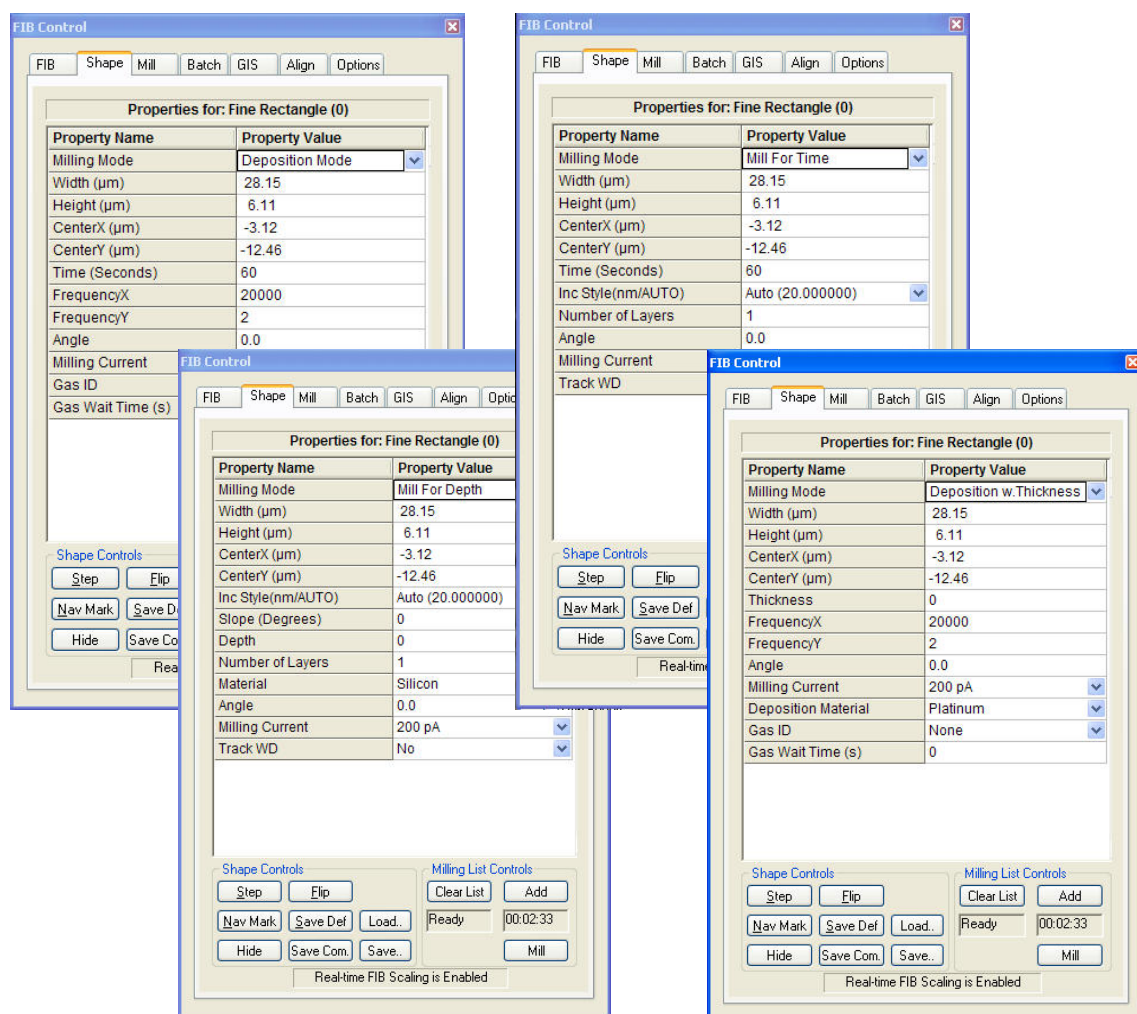


Figura 4.1.1_3. Menús de propietats dels modes de treball de l'entorn bàsic d'operació del FIB.

D'esquerra a dreta: Deposition Mode, Mill for Depth, Mill for Time i Deposition w. Thickness.

A tots els modes s'ha de definir l'àrea de treball i la corrent dels ions. En el següent quadre es resumeix les possibilitats que ofereixen els entorns de milling:

Entorn	Geometries permeses	Paràmetres definits per l'usuari
Bàsic	• Línies • Quadrats • Trapezis	<i>Mill for Depth:</i> • Profunditat • Distància de pas (distància entre línia i línia) • Nombre de passades (layers)
		<i>Mill for Time:</i> • Temps total d'exposició. • Distància de pas. • Nombre de layers.
		<i>Deposition Mode:</i> • Temps total d'exposició. • Freqüència d'escaneig iònic en x i en y. • Possibilitat d'usar gas.
		<i>Deposition vs. thickness:</i> • Aquest mode només es pot usar amb gasos. • Gruix dipositat. • Freqüència d'escaneig iònic en x i en y.
Geometries complexes	• Cercles • Polígons • Texts • Bitmaps • Corbes	• Es pot definir: o el temps total d'exposició o la profunditat del milling. • El FIB treballa escombrant la superfície de l'objecte definit.
Litografia de ions	• Dissenys complexes creats amb el software de litografia • Dissenys importats d'altres formats (com ara *.gds)	• Temps d'exposició. • Dosi per unitat d'àrea. • Dimensió del pas. • El feix treballa vectorialment prenent control punt a punt.

En el cas d'aquesta secció (guies de Si) s'ha treballat de dos maneres diferents. En un primer estadi s'ha triat un àrea de milling de $4 \times 2 \mu\text{m}^2$, una profunditat d' $1\mu\text{m}$ i un corrent de FIB d' 1nA (el valor d' 1nA situa el milling a mig camí entre rude i fi). Després del primer tall es realitza un pol·līt a corrent més baix (en aquest cas a 50pA) sobre la cara que es vol examinar.

Donant el paràmetre de profunditat desitjada (mode *Mill for Depth*), el programa determina el temps i l'step (el pas) que ha d'utilitzar durant el milling. La conversió profunditat – temps de milling la determina la base de dades i, per tant, dependrà dels materials que s'assoleixi més o menys profunditat durant el tall. Per tant, la profunditat real de la secció depèn de diferents paràmetres i, per tant, cada procés s'haurà d'afinar per obtenir el resultat desitjat.

B. Estructures multicapa i dispositius enterrats:

A continuació es presenta una secció d'un dispositiu on l'estructura d'interès està enterrada. Es vol determinar l'estructura del dispositiu durant el procés de fabricació. Aquesta serà una prova destructiva del dispositiu que servirà per analitzar possibles irregularitats abans d'alliberar les estructures. L'estructura és d'un cantilever entre 2 elèctrodes i el conjunt està enterrat sota dos micròmetres i mig d'òxid de silici.

Es realitza una secció a la zona d'interès en mode *Mill for Depth*. El tall serà de força profunditat ($4\mu\text{m}$) ja que s'espera que l'estructura es trobi lluny de la superfície. S'ha d'estar segur que s'assolirà, en escriure, la profunditat necessària. L'àrea de la secció serà de $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ i es col·locarà, fent ús d'una imatge FIB en planta, sobre la zona desitjada. Es triarà una corrent alta de 5nA per fer un pou i, seguidament, es farà un polit fi sobre la cara a examinar.

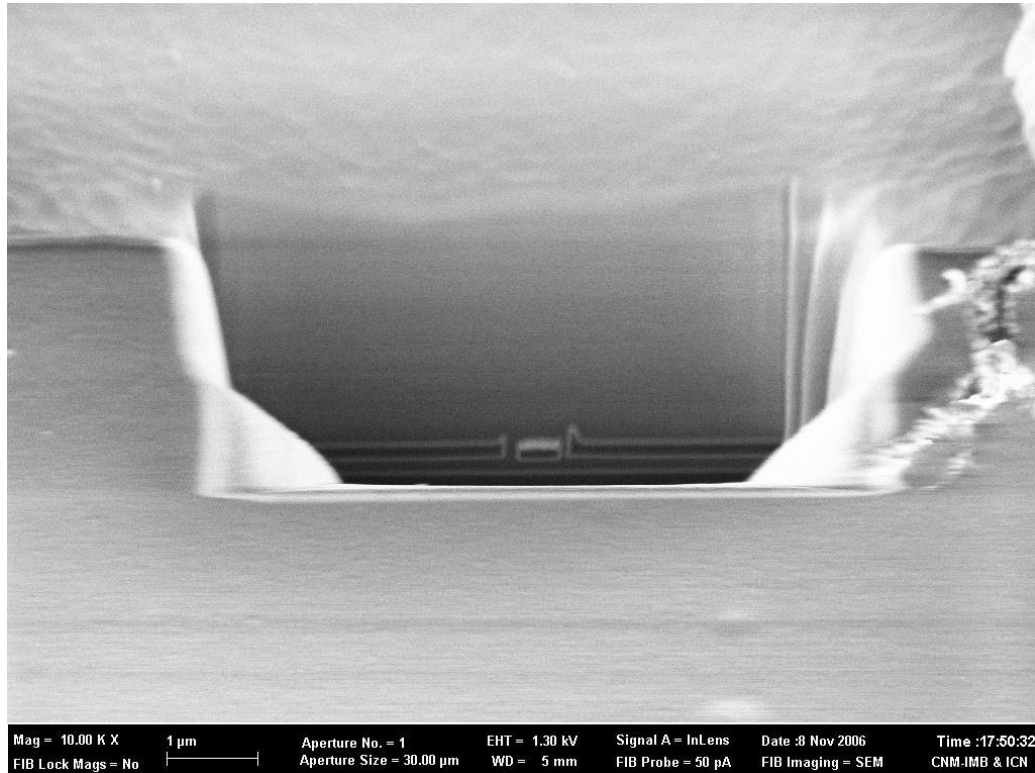


Figura 4.1.1_4. Secció del dispositiu durant la fabricació.

En aquesta secció (figura 4.1.1_4) es pot veure l'estructura sense alliberar d'un cantilever entre 2 elèctrodes. Sembla que el procés de fabricació d'aquests dispositius es desenvolupa correctament, les estructures estan en bon estat i amb les mesures previstes.

Després de la caracterització la resta de dispositius seguiran el procés de fabricació. Això vol dir una combinació d'atacs secs (RIE) i atacs humits per alliberar les estructures i eliminar la mascara.

Finalment es vol determinar l'estructura dels dispositius al final del procés de fabricació per tal de veure si hi ha gap sota el cantilever i si s'ha alliberat bé l'estructura.

La imatge de la figura 4.1.1_5 mostra un dels dispositius un cop alliberats. . S'ha fet una secció de $2 \times 1 \mu\text{m}^2$ d'àrea i una profunditat de $0,5 \mu\text{m}$ utilitzant el mode *Mill for Depth* amb un corrent de ions de 500 pA .

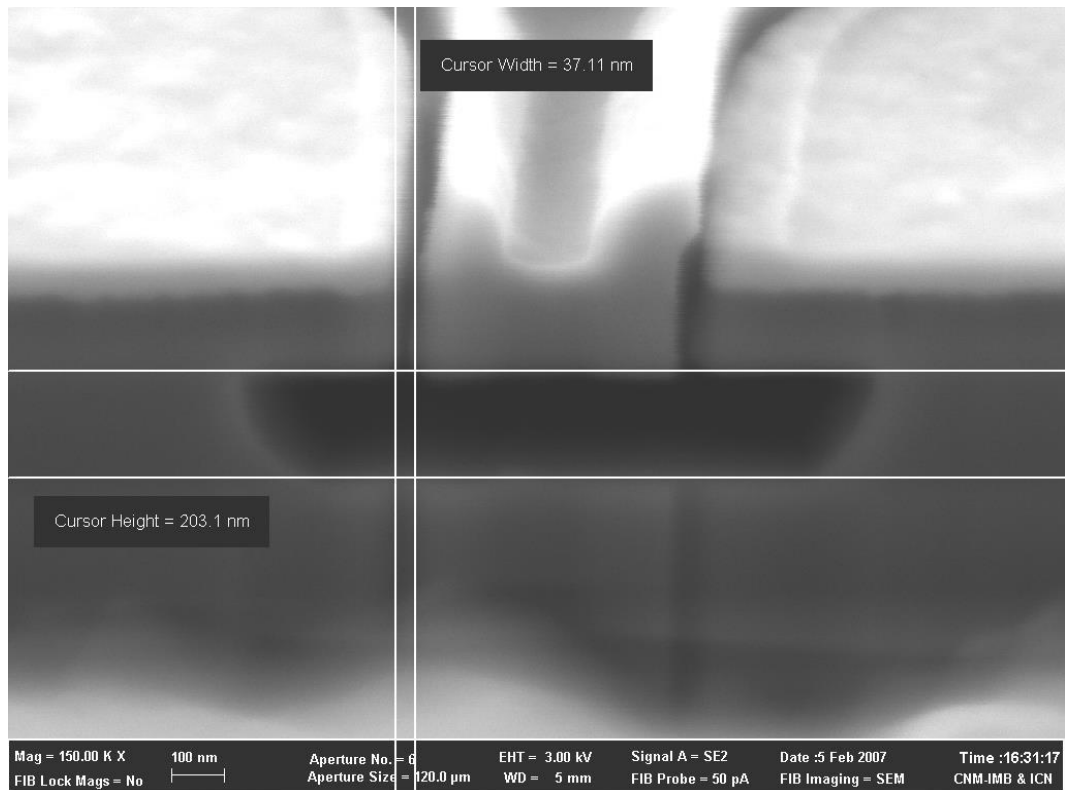


Figura 4.1.1_5. Secció de la zona d'interès

Després de realitzar la secció es veu que existeix gap i es poden acotar les mides amb gran precisió. També es pot determinar el gruix de les capes que formen aquest dispositiu. Cal tenir en compte que el SEM està inclinat 54° respecte a la superfície de la mostra i, per tant, per determinar les dimensions de la secció cal corregir (o bé per software o bé trigonomètricament) l'angle. La imatge amb les cotes verticals ha estat corregida 36° per software.

C. Aplicacions “Bio”:

També es pot utilitzar el FIB per aplicacions de biologia. En aquest cas s'ha de tenir en compte que el material biològic és molt tou i, per aquest motiu, en aquest tipus d'aplicacions és important utilitzar corrents de FIB baixos ja que aquestes mostres es poden malmetre fàcilment

La següent secció és d'una cèl·lula humana (un macròfag) d'un pacient amb leucèmia i, amb el tall, s'estudiarà l'estructura interna de la cèl·lula.

La preparació d'aquest tipus de mostra per carregar-la al CrossBeam és la mateixa que per examinar-la amb un SEM. El procés de preparació consisteix en deshidratar controladament la cèl·lula i en metal·litzar-ne la superfície amb or, alterant el mínim possible les dimensions i estructura de la mateixa. Seguint aquests passos la mostra serà compatible en entorns d'alt buit i es podrà examinar amb feixos de partícules carregades evitant efectes indesitjables de càrrega. Aquesta mostra s'ha inspeccionat prèviament amb un SEM i, per tant, ja està preparada per ser disseccionada amb el FIB.

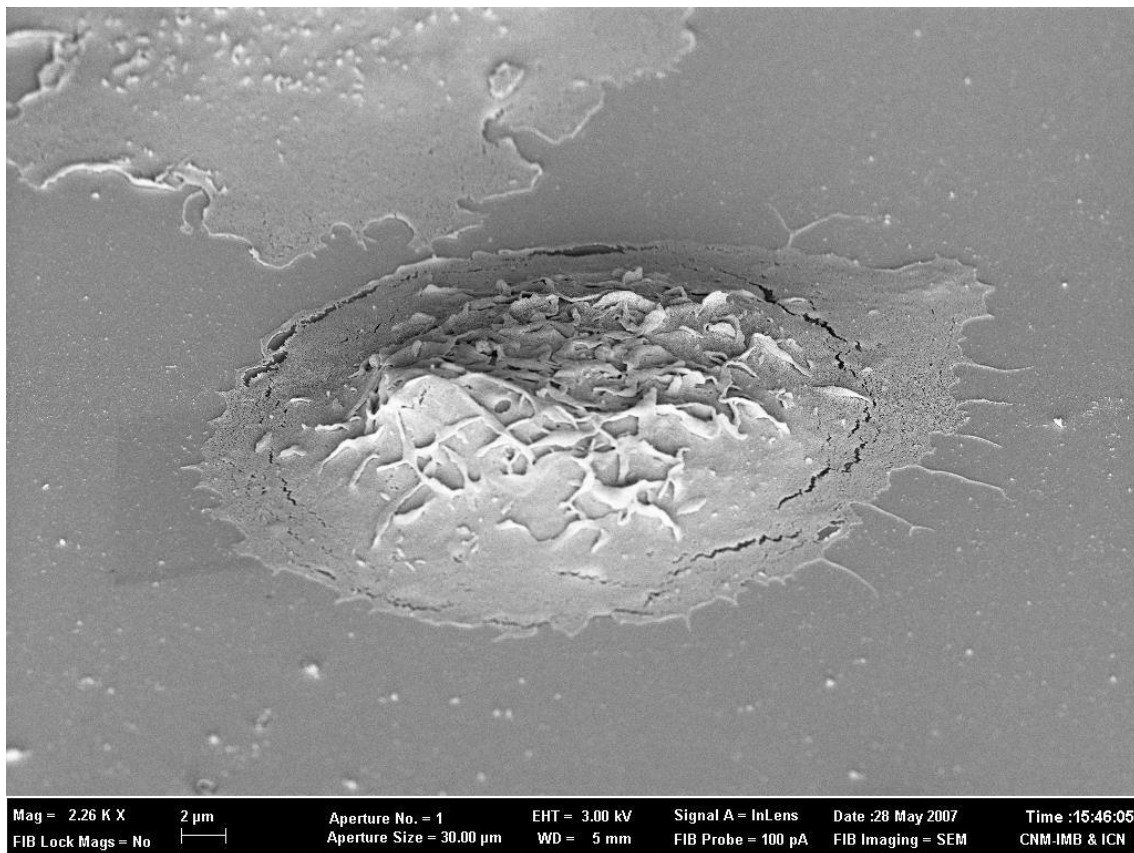


Figura 4.1.1_7. Imatge SEM d'un macròfag.

Es farà la secció a un corrent FIB de 100pA i, en mode *mill for depth*, es situarà l'àrea de milling ($12 \times 3,5\mu\text{m}^2$) sobre una imatge FIB realitzada a 10pA. Un cop feta la secció es pot polir la superfície d'interès a més baix corrent (50 ó 20pA) fins a obtenir una superfície pol·lida.

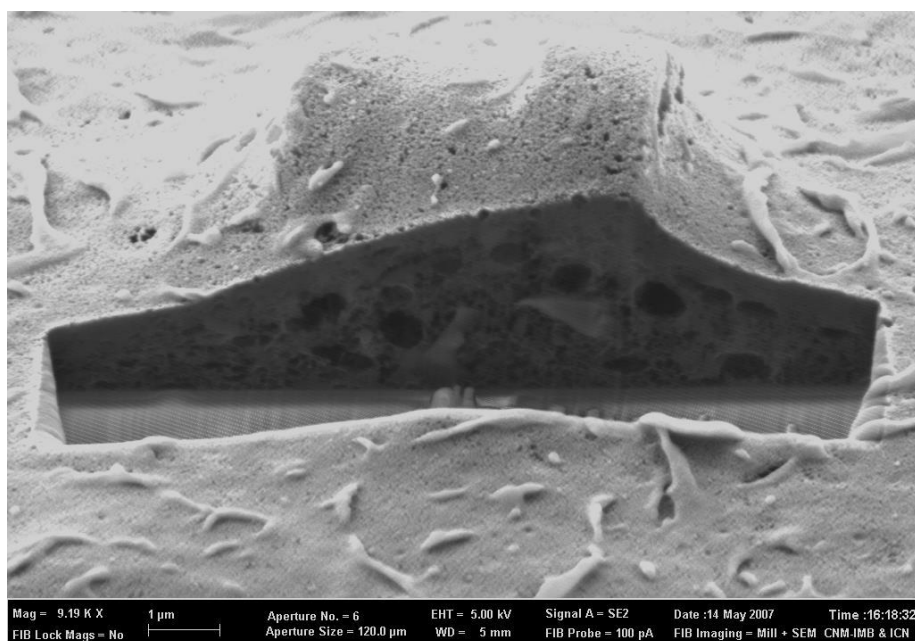


Figura 4.1.1_8. Secció d'una cèl·lula.

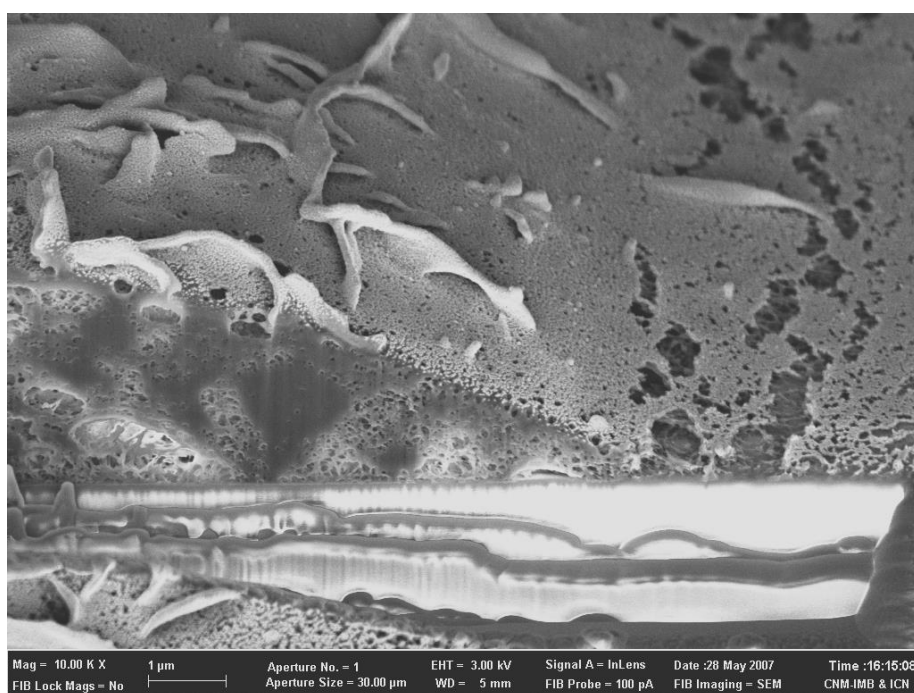


Figura 4.1.1_9. Secció d'una cèl·lula.

A les imatges (figures 4.1.1_8 i 4.1.1_9) es mostra la secció d'una cèl·lula i servirà per estudiar l'estructura interna d'aquests macròfags. Així doncs, el FIB té una gran utilitat, encara per acabar d'explorar, per treballar amb mostres biològiques.

4.1.2. Seccions CMOS

Una de les aplicacions més interessants pel CNM-IMB és realitzar seccions a circuits de tecnologia CMOS (Complementary Metal Oxide Semiconductor) tecnologia de $2,5\mu\text{m}$ de canal. Aquesta tecnologia s'utilitza per crear circuits integrats, com ara portes lògiques i circuits analògics integrats.

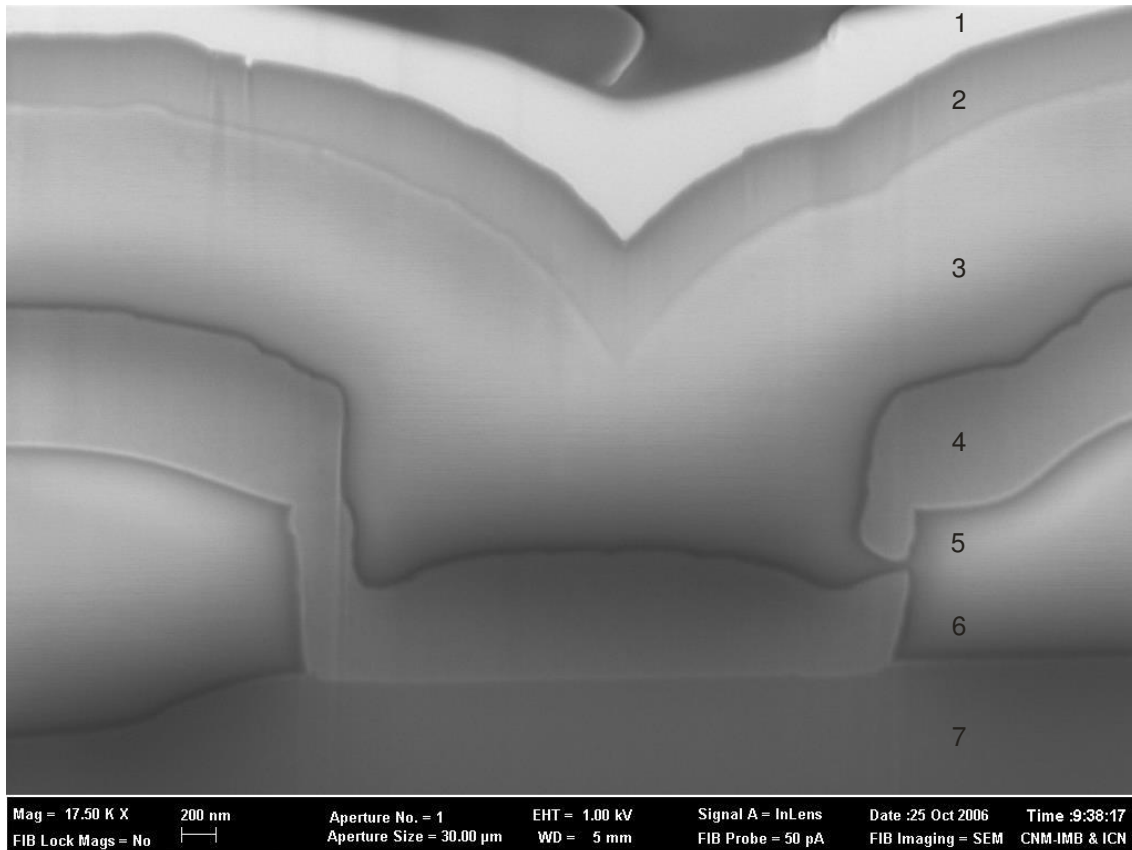


Figura 4.1.2_1. Secció d'un dispositiu CMOS

A la figura 4.1.2_1. es pot observar una secció d'un dispositiu CMOS realitzada amb el FIB i observant-ho amb el SEM. Es pot apreciar que a la imatge hi ha 7 zones de diferent tonalitat. Aquestes zones corresponen a:

Zona 1: Platí de protecció

Zona 2: Si_3N_4 (PECVD)

Zona 3: SiO_2 (PECVD)

Zona 4: Alumini

Zona 5: Silici dopat amb B i P

Zona 6: SiO₂ tèrmic

Zona 7: Silici natiu monocristal·lí

El Pt de protecció (zona 1) s'ha dipositat amb el FIB i s'utilitza de màscara per optimitzar la secció. No tots els materials es comporten igual durant el milling, alguns compostos costen més d'arrencar i d'altres costen menys. La finalitat de la màscara és evitar l'efecte cascada que alguns materials poden produir i ajuda a homogeneïtzar el tall.

L'efecte cascada és un fenomen que pot emascarar les seccions fetes amb FIB. Es pot produir, per exemple, quan, en dispositius multicapa, algun dels materials té un comportament d'*sputter rate* molt diferent als altres materials involucrats. Això afectarà negativament al tall, la superfície d'interès pot aparèixer tan poc polida que no es distingeixi bé les capes involucrades. Una solució pràctica per evitar aquest fenomen es diposita una capa de Pt prou gruixuda de forma que s'homogeneïtzi l'*sputter rate* de la secció. El resultat és una secció neta on es pot identificar clarament les diferents zones del dispositiu.

Una secció pot donar molta informació sobre els materials, la morfologia de les capes i els processos de fabricació. En el cas de la secció CMOS de la figura 4.1.2_1. a la zona 4 (capa d'alumini) s'observa una discontinuïtat que s'ha pogut produir durant la fabricació del dispositiu. Així es pot suposar que algun dels processos no ha funcionat correctament, de forma que caldrà estudiar què ha pogut fallar per evitar i corregir els defectes observats.

4.2. Preparació de mostres TEM

La tecnologia FIB és una eina molt útil alhora de preparar mostres per analitzar amb TEM (Transmission Electron Microscopy). L'objectiu és aconseguir una lamel·la fina de menys de 100 nm de gruix representativa de la zona a estudiar i que, superficialment, estigui ben polida. Els avantatges d'aquesta tècnica és que s'aconsegueix lamel·les ben pol·lides i es pot triar zones específiques sense danyar la resta de la mostra. Quan s'aconsegueix dominar el procés s'obtenen bons resultats i un alt rendiment.

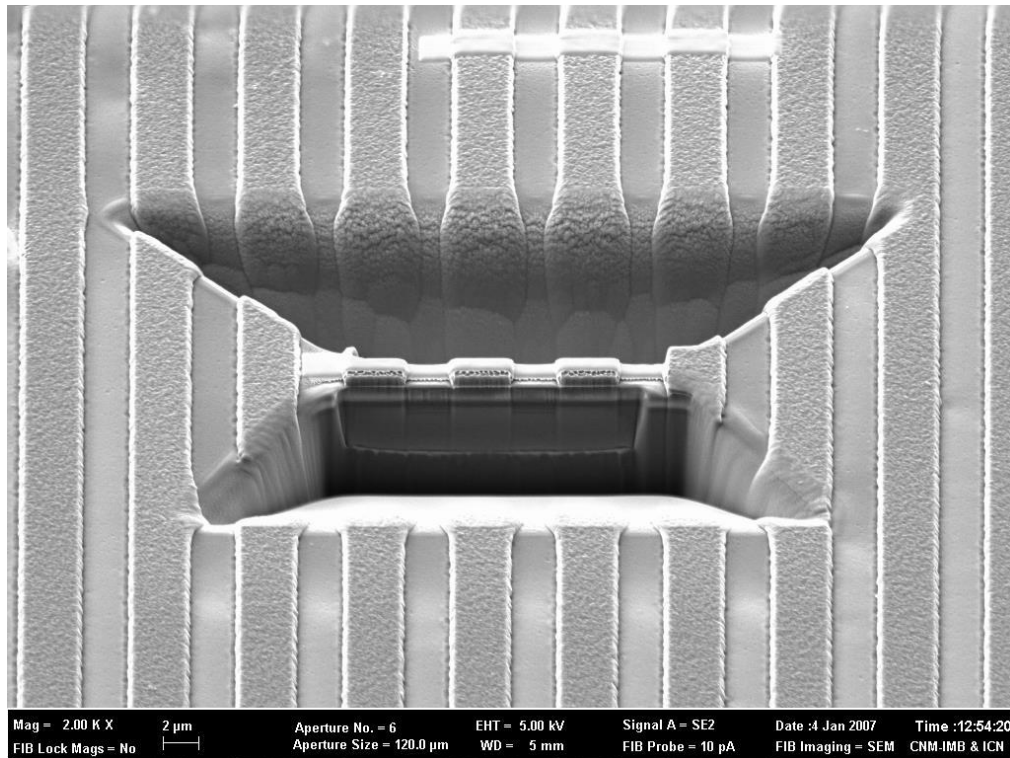


Figura 4.2_1. Lamel·la unida a la mostra.

Per preparar una lamel·la es segueix el següent protocol:

- Primer de tot es disposarà un cordó de Pt o W d'uns $20 \times 2 \mu\text{m}^2$ i $1 \mu\text{m}$ de gruix per tal de protegir la zona d'interès i facilitar-ne la posterior manipulació.
- Tot seguit es farà uns talls profunds (figura 4.2_1) fent milling a corrent alt. S'utilitzarà el mode *Mill for Depth* i es dibuixarà, sobre la imatge FIB, dos trapezis. La forma trapezoïdal afavorirà l'evacuació de material remogut a mesura que el milling avanci cap a la zona d'interès. La zona d'interès de cada trapezi definirà una cara de la lamel·la. La corrent FIB serà de 10nA i cada trapezi tindrà unes dimensions de: $20\mu\text{m}$ a la zona de la lamel·la, $40\mu\text{m}$ al costat oposat i una alçada de $12\mu\text{m}$. La profunditat serà de més de $8\mu\text{m}$.
- El següent pas consistirà en polir les cares de la lamel·la. Aquest pas es realitzarà a corrent iònic més baix. 500pA ha estat el corrent escollit.
- Un cop s'ha creat la lamel·la (de gruix entre $0,5$ i $2\mu\text{m}$) es procedeix al lift out (retirar la lamel·la i portar-la al portamostres TEM). Es talla pràcticament la unió mostra - lamel·la. S'ha de deixar la lamel·la unida a la mostra la quantitat justa que permeti la seva sustentació. S'acosta un manipulador i es solda al cordó metàl·lic fent, un cop més, una deposició de Pt o W.

- Acabant de tallar la unió lamel·la - mostra s'aconsegueix deixar la lamel·la unida únicament al nanomanipulador.
- El darrer pas és moure la lamel·la per soldar-la (dipositant Pt o W) al portamostres TEM (figura 4.2_2) i, finalment, s'ha de tallar la soldadura lamel·la - manipulador.
- Per concloure el procés es pot acabar de polir la lamel·la fins que el gruix sigui entre 50 i 100 nm (figura 4.2_3).

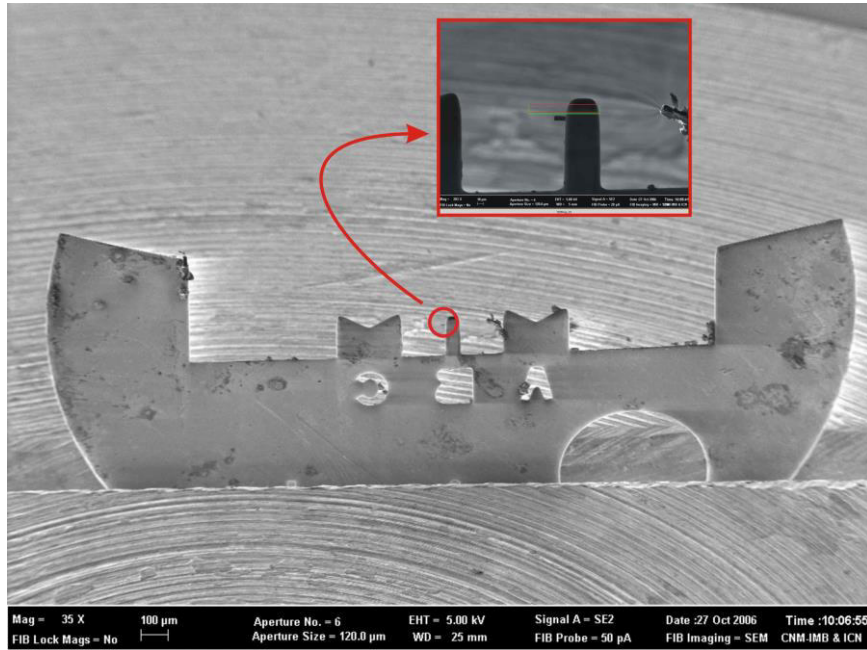


Figura 4.2_2. Lamel·la al portamostres TEM.

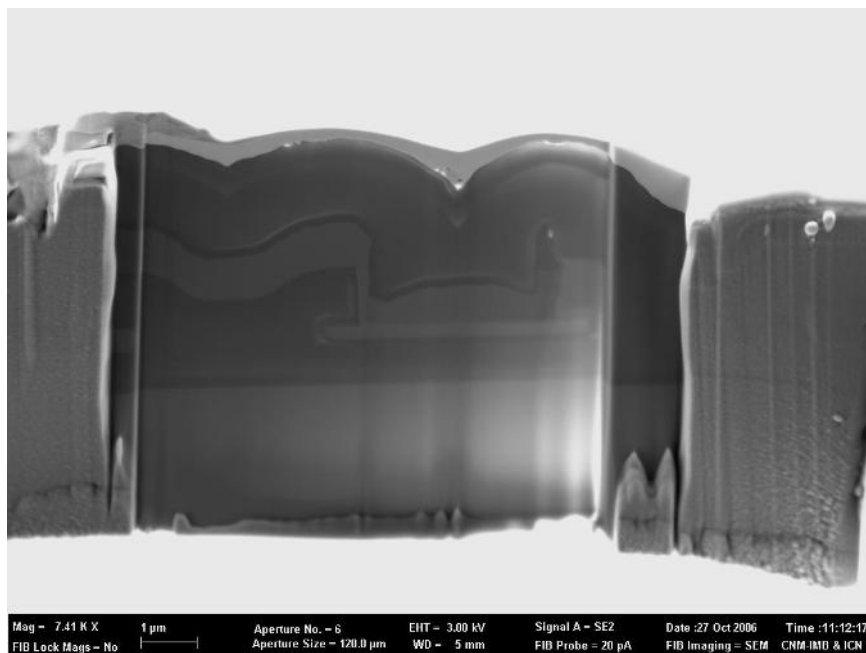


Figura 4.2_3. Aprimament de la lamel·la.

Aquest procés involucra gairebé tots els elements del CrossBeam. Per exemple, durant el lift out, per soldar la punta del nanomanipulador a la lamel·la, s'utilitza el SEM per observar, el GIS i el FIB per realitzar la soldadura i, evidentment, el manipulador per retirar la lamel·la.

4.3. Edició de circuits

En aquest apartat s'abordarà les aplicacions del FIB alhora d'editar circuits electrònics. Les eines que incorpora l'equip permet tallar, reconstruir pistes metàl·liques i dipositar aïllants. Aquest tipus d'aplicacions (juntament amb la realització de seccions) ha fet que la tecnologia FIB estigui incorporada de forma massiva a la indústria dels semiconductors. La funcionalitat d'editar circuits és un complement molt important alhora de realitzar i modificar prototips en circuiteria electrònica. A més a més, la realització de seccions permet un control de qualitat dels processos amb una gran resolució i fiabilitat.

En aquests casos es mostrarà exemples d'aplicacions sobre pistes enterrades:

- A. Secció per examinar una pista i determinar el gruix i l'aspecte dels materials que puguin estar involucrats.
- B. Realització d'un pou quadrat sobre l'òxid una pista fins arribar a detectar el metall sense fer imatge SEM.
- C. Reconstrucció d'una pista.
- D. Connexió d'una pista de metall enterrada a un pad fet amb el FIB.

A. A la secció de la pista s'identifica clarament 3 zones diferents (figura 4.3_1). El número 1 i el número 2 corresponen a 2 òxids (Si_3N_4 i SiO_2 respectivament) que envolten la pista de metall (número 3). D'aquesta forma s'ha comprovat les dimensions de les capes (verticals) i la porta (laterals).

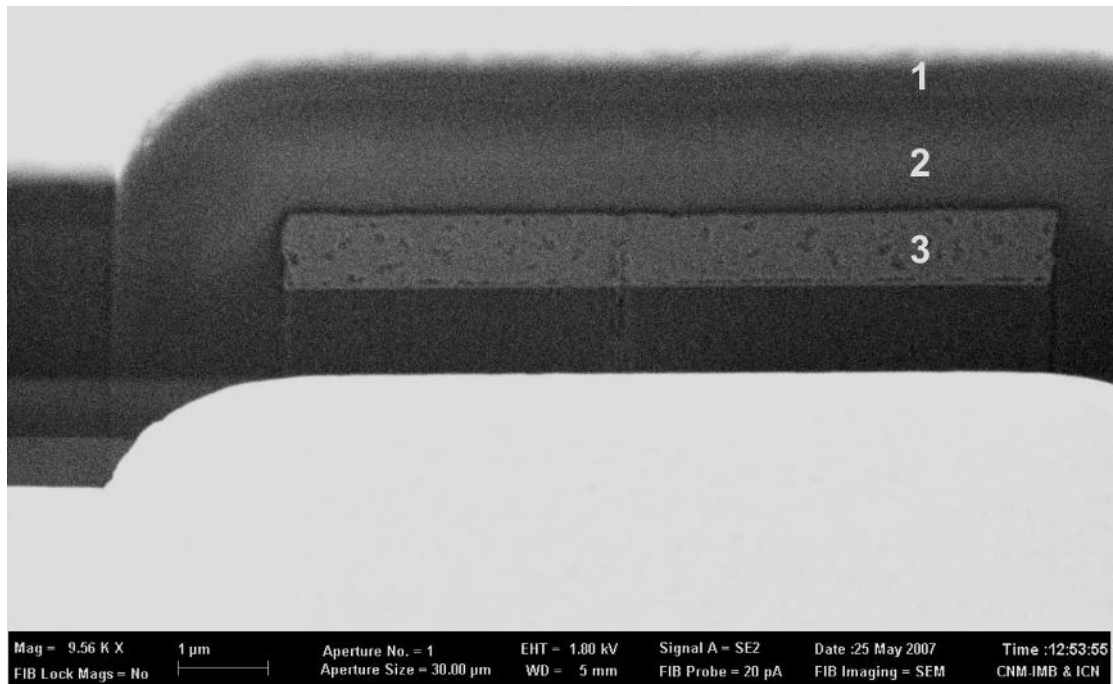


Figura 4.3_1. Secció de la pista.

B. Un cop es coneix la naturalesa i el gruix de les pistes es realitzarà un pou sobre una pista i, sense fer ús del SEM, arribar al metall. Està comprovat que el SEM afecta negativament als circuits [*] de forma que s'intentarà evitar al màxim l'exposició durant l'edició de circuits. Per fer el pou es treballarà amb l'estratègia *Deposition Mode* (sense fer ús del GIS) i s'activarà la opció *Specimen Current Monitor* que permet mesurar el corrent detectat pel porta - mostres. Es treballarà a corrent de 500pA.

Es tria el mode de treball *Deposition Mode* i s'assigna una freqüència d'escaneig alta (20kHz en *x* i 2Hz en *y*). D'aquesta manera s'assegura que s'arrenca, uniformement, la mateixa quantitat de material en tota l'àrea de milling. L'*Specimen Current Monitor* permetrà detectar canvis de material durant el milling. Com que la reducció de gruix serà uniforme en tot l'àrea, els canvis de corrent detectats es poden relacionar amb un canvi de material.

[*]: Forsen E. et al, APL 87 (2005)

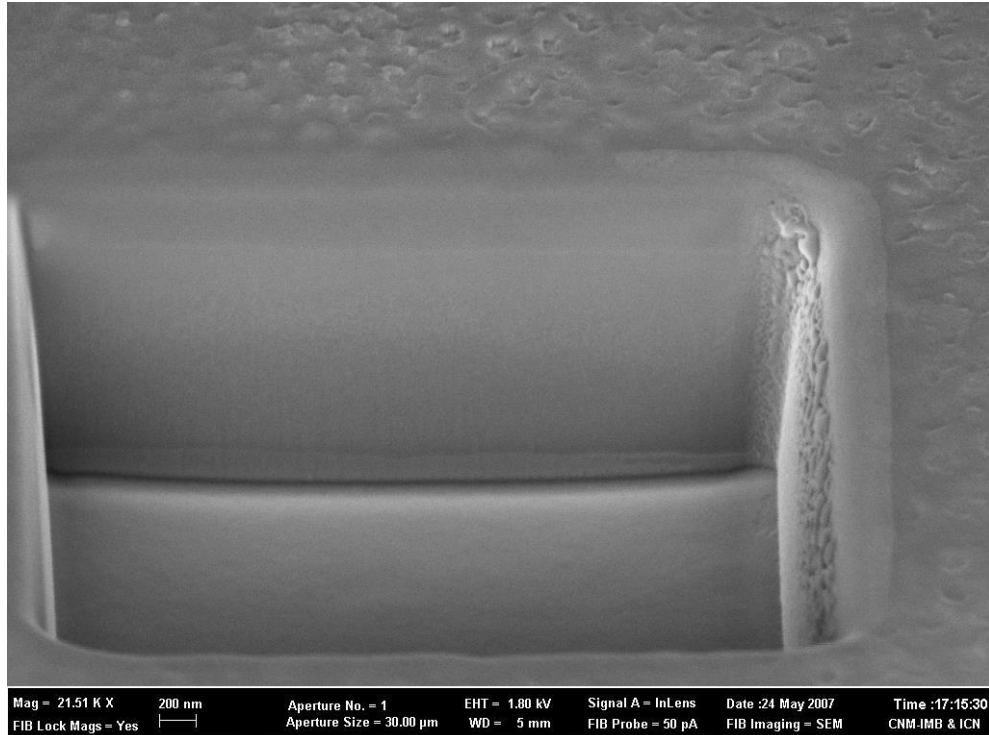


Figura 4.3_2. Pou sobre una pista. Es pot observar que el milling tot just arriba al metall.



Figura 4.3_3. Corrent detectat amb l'Specimen Current Monitor durant el tall.

El gràfic de la figura 4.3_3 està associat amb la imatge 4.3_2. El gràfic representa el corrent detectat durant el procés de milling i la imatge mostra l'estat de la pista després del milling. L'eix de les x del gràfic correspon al temps (segons) i l'eix de les y correspon a la corrent mesurada (entre 500pA 1500pA). En el gràfic es poden diferenciar 3 zones diferents: La zona I es pot relacionar amb l'òxid més superficial

(Si_3N_4), la zona II amb el següent òxid (SiO_2) i la zona III amb el metall (Al). El gràfic de la figura 4.3_4 mostra el corrent detectat durant un milling que ha travessat tot el metall.



Figura 4.3_4. Corrent detectat durant un tall on s'ha travessat tot el metall.

C. Ara es mostrarà com reconstruir una pista. Es vol rehabilitar elèctricament una pista que té un tall, en forma de pou quadrat, que talla el metall. S'omplirà el pou amb l'aliatge de Pt que el FIB+GIS poden dipositar. S'ha triat el mode *Deposition Mode* i, amb un corrent iònic de 20pA i un temps de 200s s'ha omplert correctament el forat. La pista un cop reconstruïda té continuïtat elèctrica (tot i que la resistència ha augmentat).

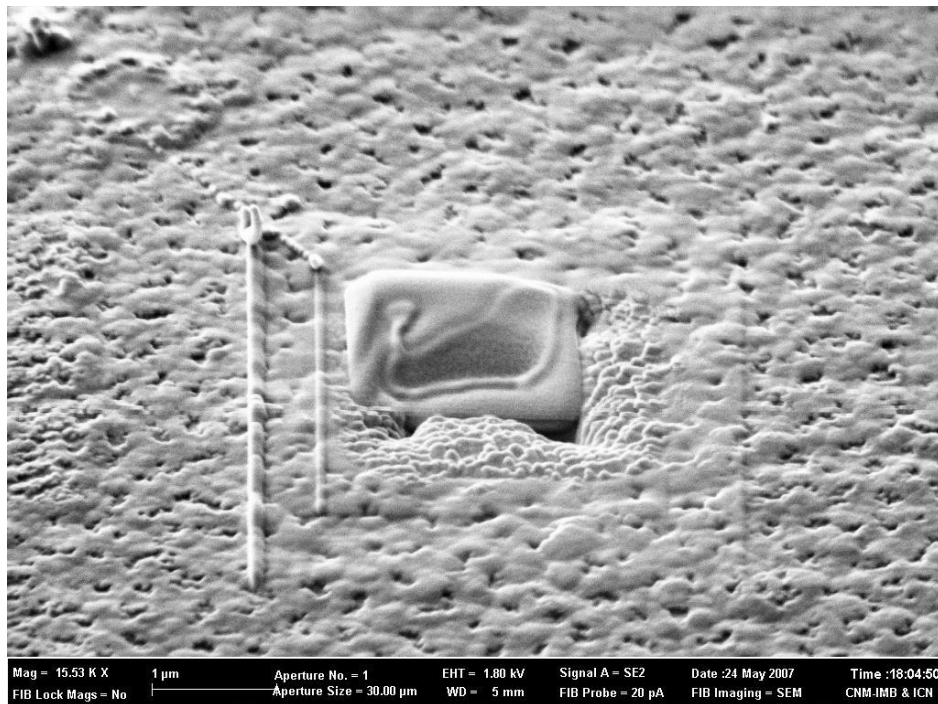


Figura 4.3_5. Reconstrucció d'una pista amb una deposició de metall.

D. Combinant els exemples B i C es pot pelar l'òxid fins a arribar a una pista per contactar-la a un pad fet amb el FIB i el GIS. Primer de tot, es programarà un milling en *Deposition Mode* i, sense seleccionar cap gas, es farà un tall d'àrea $4 \times 4 \mu\text{m}^2$ a 500pA fins que s'assoleixi el metall. Un cop es té accés al metall, es construeix un pad de dimensions $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ en el mode *Deposition Mode* a 100pA durant 2 minuts i mig. Tot seguit s'uneix la pista de metall al pad amb un cordó de Pt. Amb aquest procés s'ha aconseguit habilitar un pad connectat a la pista de metall enterrada que permet mesurar paràmetres elèctrics.

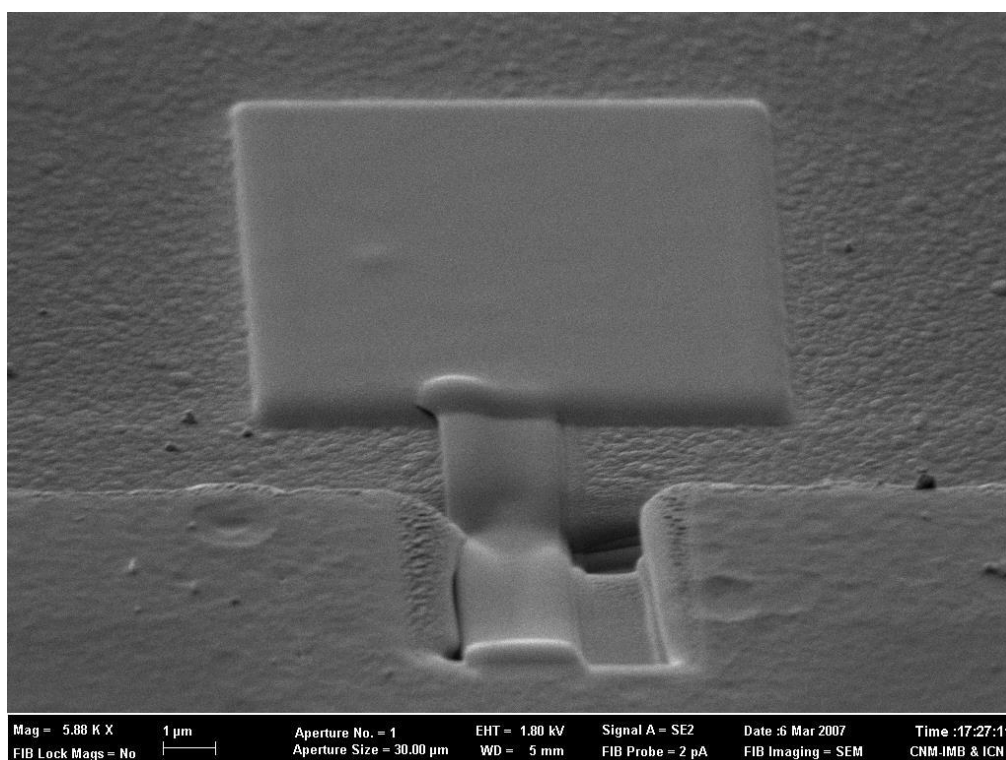


Figura 4.3_6. Construcció d'un pad connectat a una pista enterrada de metall.

Podem concloure, doncs, que s'han posat a punt les tècniques bàsiques per a l'edició de circuits, eina de gran importància en un centre com el CNM-IMB.

4.4. Nanofabricació

En aquest apartat es mostrarà exemples de fabricació de nanoestructures que s'han dut a terme en el transcurs del projecte. La classificació es farà en funció del material treballat. Al següent capítol (capítol 5), s'analitzarà en profunditat un cas de fabricació amb FIB per crear estructures complexes.

4.4.1. Estructures sobre Si.

A. El Si és el material més utilitzat per l'indústria microelectrònica i, degut al gran coneixement de tècniques de processat del silici, esdevé un element molt útil en nanofabricació.

El primer exemple que es mostra és la creació d'una matriu de matrius de forats (dots) poc profunds i de 50 nm de radi. Cada matriu de dots tindrà d'una dosi diferent (figura 4.4.1_1). Es vol fer un test per estudiar la relació, sobre silici, entre profunditat, diàmetre dels dots i la dosi emprada. La matriu de matrius A mostra gràficament la distribució de les dosis, cada lletra minúscula representa una nova matriu on cada dot s'ha fet en les mateixes condicions. La matriu de menor dosi està situada a la posició inferior esquerra (matriu en posició *a*) i la de major dosi a la superior dreta (posició *g*).

$$A = \begin{pmatrix} d & e & f & g \\ c & d & e & f \\ b & c & d & e \\ a & b & c & d \end{pmatrix}$$

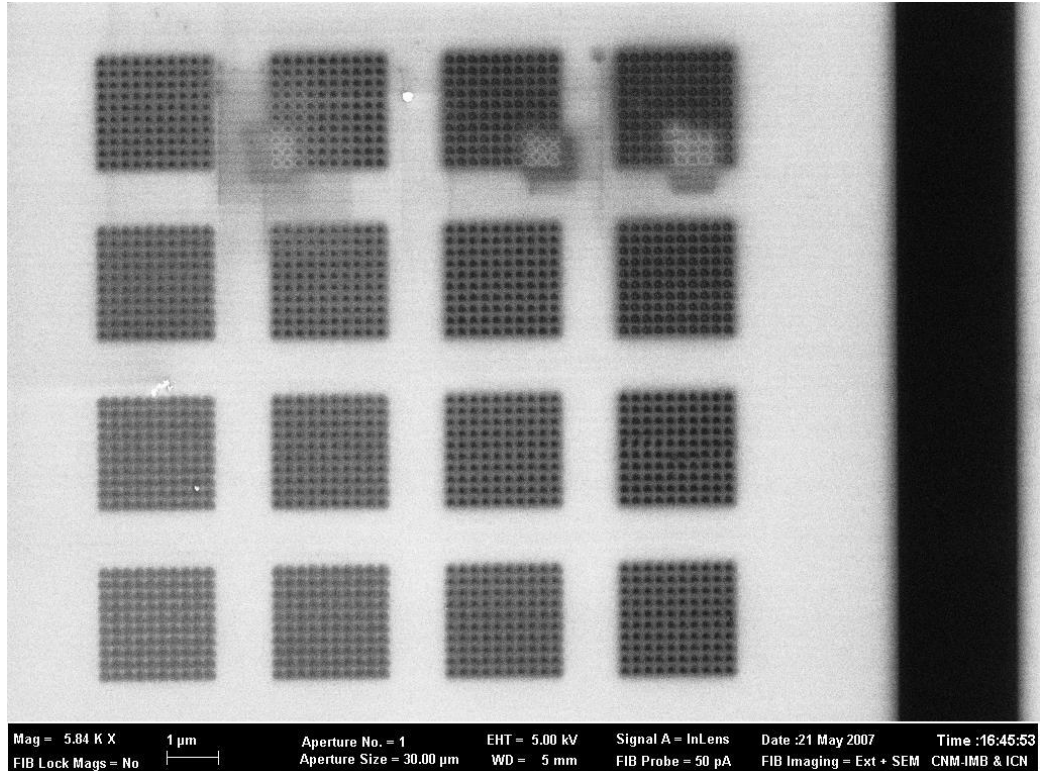


Figura 4.4.1_1. Matriu de matrius de dots.

Per fer aquests forats es programa les matrius de dots amb l'equip de litografia de Raith. Aquest equip prendrà control del feix de ions i realitzarà les estructures dissenyades en format *.gds. El programa gestiona la dosi calculant-la de la següent forma:

$$D = \frac{I \cdot t_d}{(S_t)^n}$$

D: Area dose (dosi per unitat d'àrea)

I: Beam current (corrent del feix)

t_d : Area dwell time (temps d'exposició per punt)

S_t : Step size (dimensió del pas)

n: prendrà valor de 0; 1 ó 2 si es tracta, respectivament, d'un punt, una línia o un àrea.

En aquesta experiència el corrent del feix serà constant i el valor de n serà 0. El paràmetre que variarà, d'una matriu a una altra, serà el temps d'exposició per unitat d'àrea. A la matriu de menor dosi (matriu a) el temps d'exposició ha estat $t_d=0,1\text{ms}$ i a la matriu de major dosi (matriu g) $t_d=100\text{ms}$. La corrent iònica $I=100\text{pA}$.

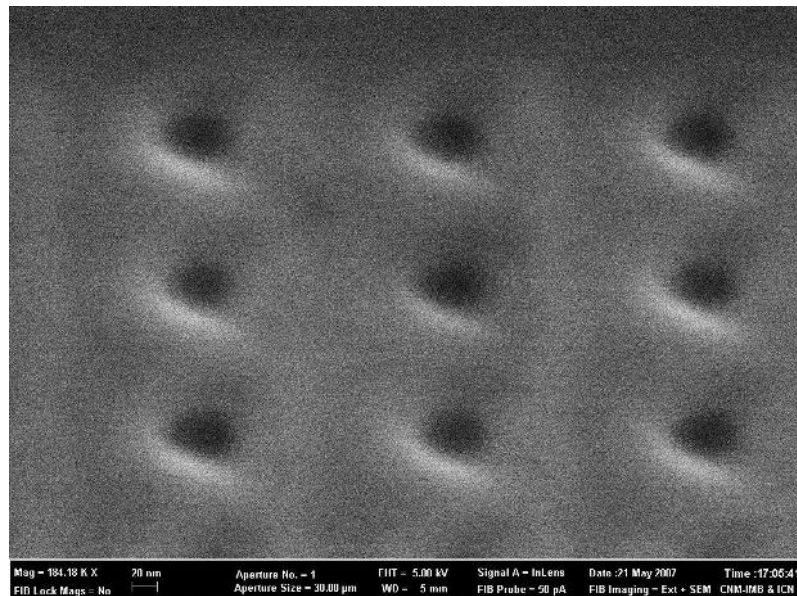
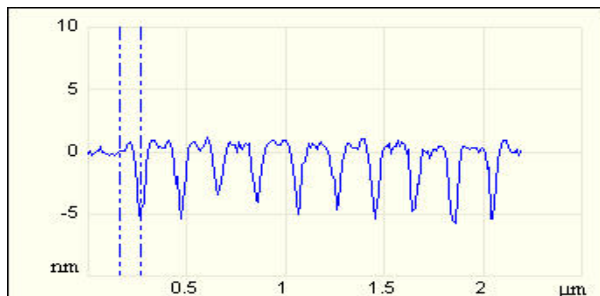
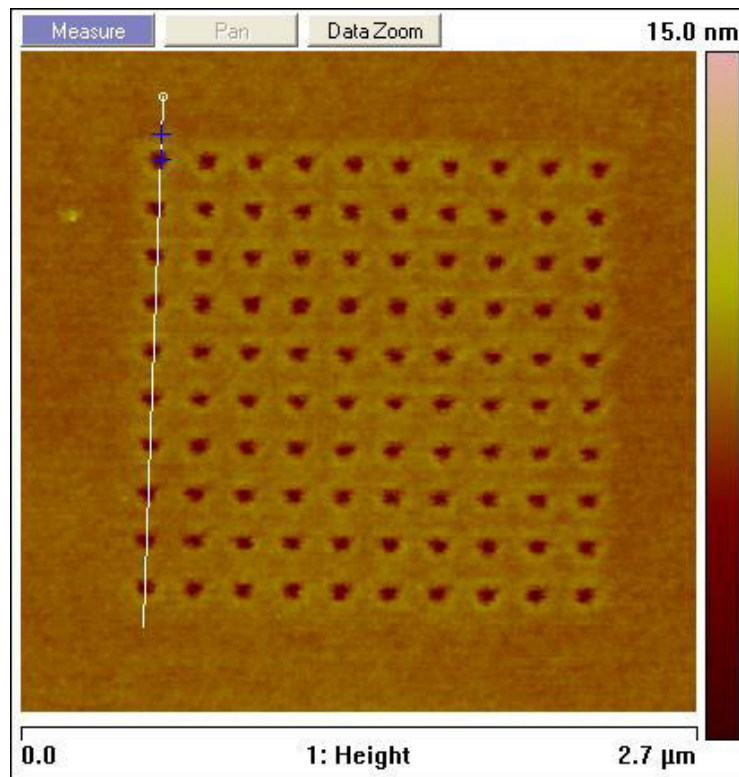


Figura 4.4.1_2. Matriu de dots de menys dosi

El diàmetre dels dots és, aproximadament, de 50 nm (figura 4.3.1_2). Amb l'AFM es mesura la profunditat dels dots. La figura 4.4.1_3 representa els dots de menor dosi, la profunditat és, aproximadament, de 5 nm. Analitzant els resultats obtinguts de totes les

matrius amb l'AFM es veu que el temps d'exposició influeix clarament en la profunditat assolida. La profunditat a la matriu de major dosi ha estat, aproximadament, de 50 nm.



Distància vertical: 4,7 nm de profunditat

Figura 4.4.1_3. Imatge i topografia AFM de la matriu de dots de menys dosi

B. El següent exemple són línies sobre guies de Si (figura 4.4.1_4). Les línies han de tenir més de 100 nm de profunditat i un gruix inferior a 100 nm. La longitud ha de ser superior a 20 μm. Es vol aconseguir que la secció de la línia tingui forma de U. Aquestes guies han de servir per conduir la llum i el tall permet fer un dispositiu anomenat “Acoblador”.

Es treballarà en mode *Mill for Time*. Dibuixant una línia sobre una imatge FIB presa a baix corrent (2pA) es programarà un milling a 50pA durant 15 segons.

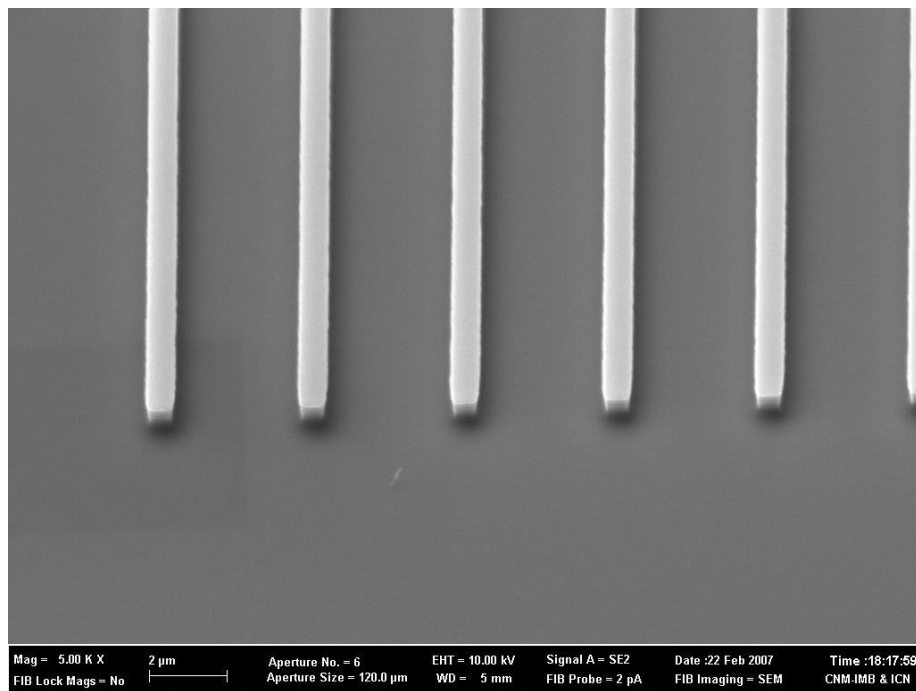


Figura 4.4.1_4. Guies de Si.

S'aconsegueix fer unes línies sobre les guies de dimensions que s'ajusten a les exigències de l'enunciat. La figura 4.4.1_4 és una imatge de la secció realitzada a una guia (un cop fetes les línies) per examinar-ne les mides i la forma en detall.

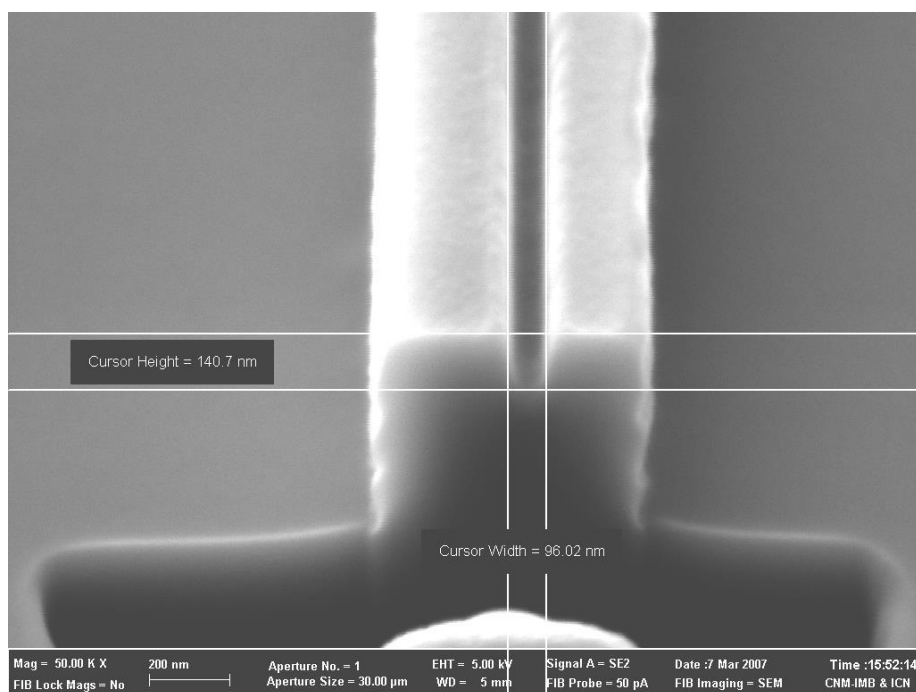


Figura 4.4.2_3. Secció de la guia

4.4.2. Estructures sobre nitrur de silici (Si_3N_4).

A. L'òxid i el nitrur de silici són materials molt utilitzats com a aïllants, formats a partir del Si o per deposició. Per tant hi ha interès en estructurar-los per aconseguir mostres d'escala nanomètrica.

En el següent exemple es vol realitzar línies molt superficials i perpendiculars a una guia de nitrur de silici. La guia té la mateixa longitud que el xip (2cm), l'amplada de la guia és de $24\mu\text{m}$ i el gruix de més de mig micròmetre. Aquestes sèries de línies són una xarxa de difracció i serveixen per acoblar la llum d'una determinada λ (longitud d'ona) dins d'una guia. L'objectiu és realitzar dues xarxes, una per acoblar la llum dins de la guia i l'altre com a element de sortida.

El primer pas que s'ha seguit ha estat calibrar el procés de milling sobre una guia. Es realitzaran 10 sèries de línies variant el temps d'exposició entre sèrie i sèrie i, per tant, el resultat seran sèries de profunditats diferents (figura 4.4.2_1).

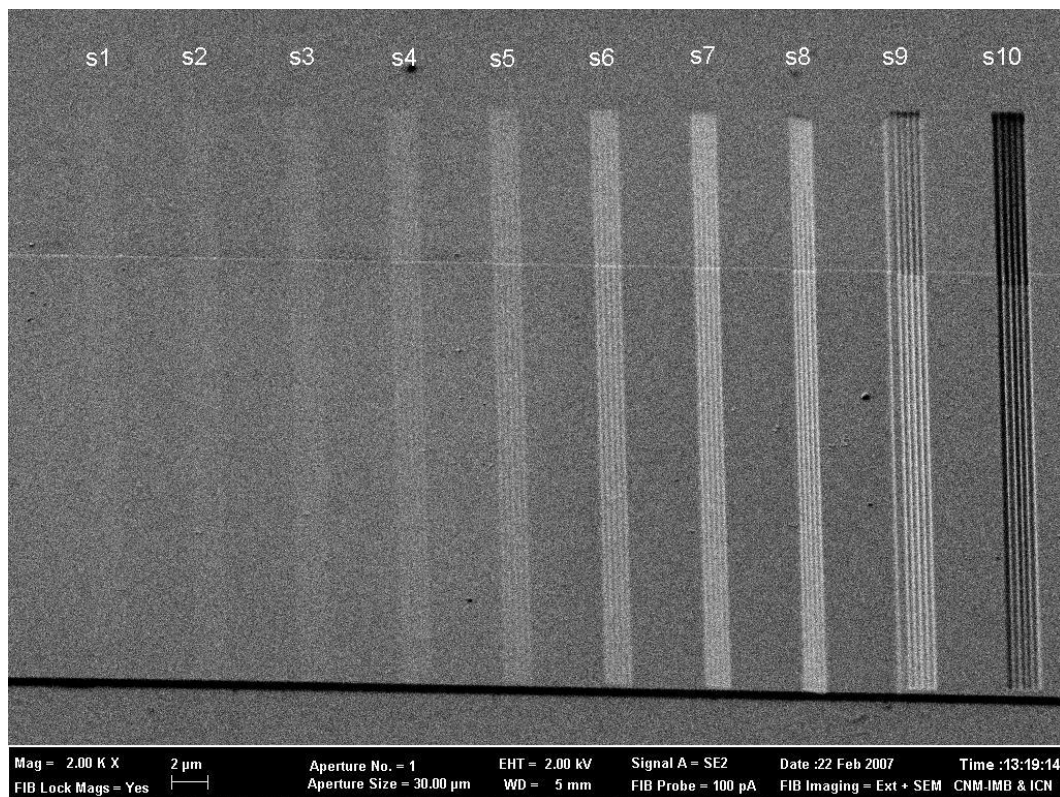
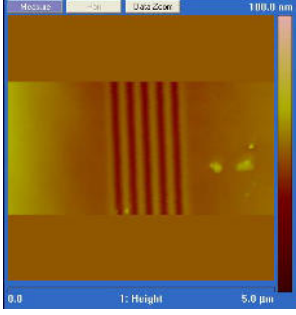
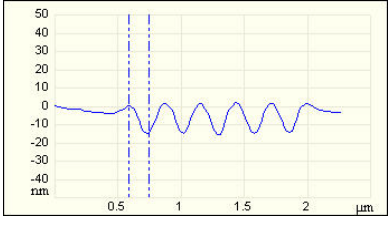
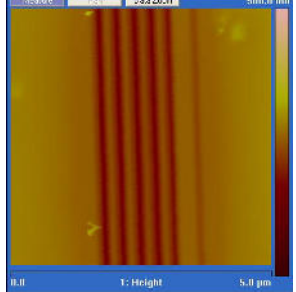
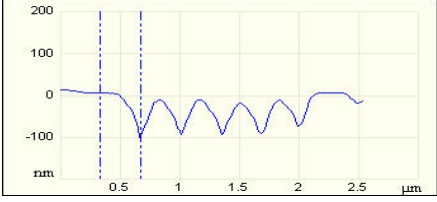


Figura 4.4.2_1. Sèries de línies a diferents dosis (variant el temps d'exposició).

Un cop realitzades les sèries s'analitzarà la profunditat amb AFM. Amb aquesta tècnica es pot afinar més les mesures de profunditat que amb el SEM.

Nº sèrie	Imatge AFM	Gràfic AFM	Profunditat
Sèrie 7			14,9 nm
Sèrie 9			105,54nm

Amb l'AFM es comprova que la profunditat de les línies creix quan s'incrementa el número de sèrie. El valor de profunditat desitjat es trobaria a un valor de dosi entremig de la sèrie 7 i la sèrie 9, que està en 20-30nm. La dosi que s'ajusta millor té un valor de $0,8\text{pA}\cdot\text{ms/nm}$, amb $I=100\text{pA}$, $S_t=10\text{nm}$ i $t_d=0,08\text{ms}$.

Un cop calibrat el procés es procedeix a la fabricació del dispositiu. Sobre una guia es realitzarà dues matrius 1×33 de línies superficials. Cada matriu ha de tenir unes dimensions de $30 \times 30\mu\text{m}^2$ (longitud de les línies de $30\mu\text{m}$), l'amplada de les línies ha de estar entre 100 i 150nm , la profunditat entre 30 i 20nm i el període entre línies ha de ser proper a 300nm . La separació entre la matriu d'entrada i la de sortida serà d'1cm.

A la imatge SEM (figura 4.4.2_2) es pot veure el resultat del procés, ara caldrà fer caracterització òptica i comprovar si l'estructuració mitjançant el FIB és vàlida per aquest tipus d'aplicacions òptiques.

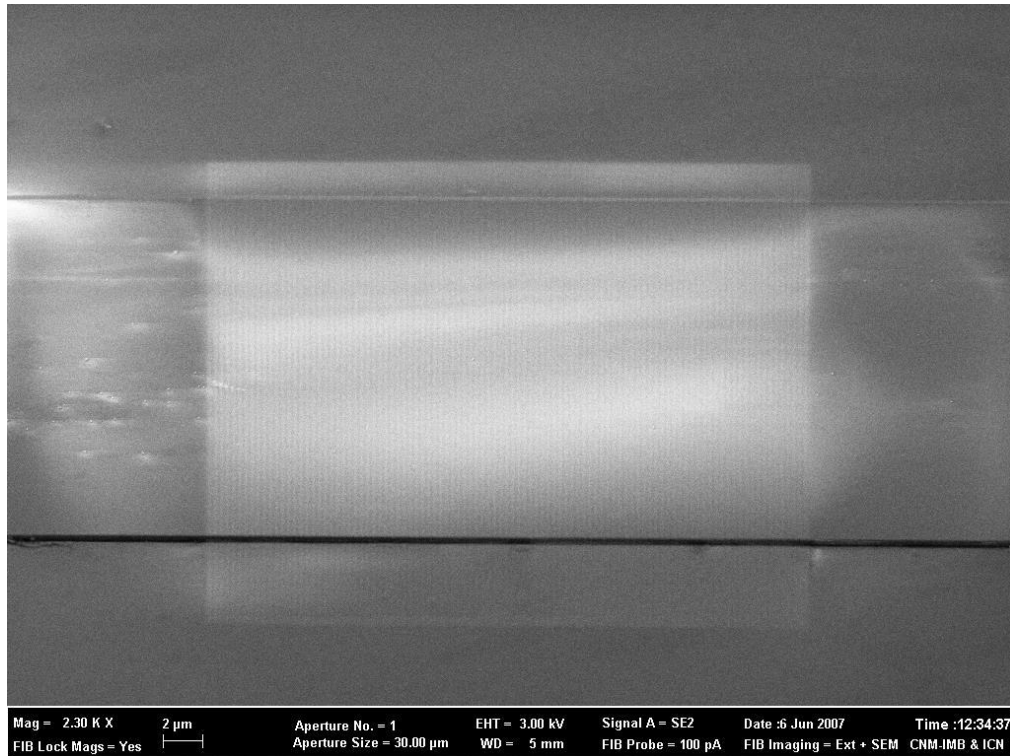


Figura 4.4.2_2. Xarxa de difracció sobre nitrur de silici.

4.4.3. Estructures sobre mostres aïllants.

A. Un últim grup de materials que es presenta com a exemples de nanoestructuració són mostres completament aïllants com es el cas de l'STO. La possibilitat de compensar la càrrega mitjançant els dos feixos (treballant alhora) fa que sigui possible estructurar mostres aïllants que, “a priori”, poden semblar impossibles d'estructurar sense tractaments previs més o menys complicats.

En aquest cas es vol fer línees superficials (trinxeres) sobre STO dopat amb un 1% de Nb. Aquestes línees han de servir per proves experimentals de creixement de materials superconductors com l'YBaCuO.

Les línees han de fer 10 μ m de llarg, menys de 100 nm de gruix i entre 2 i 10 nm de profunditat. S'ha programat el milling en el mode *Mill for Time*, cada línea es farà en un temps d'1s i amb un corrent de ions d'1pA. Aquests son els paràmetres mínims de temps i corrent que ofereix el FIB. S'intentarà realitzar les línies més fines i superficials

possibles. Segons les imatges obtingudes amb el SEM sembla que els resultats poden ser satisfactoris.

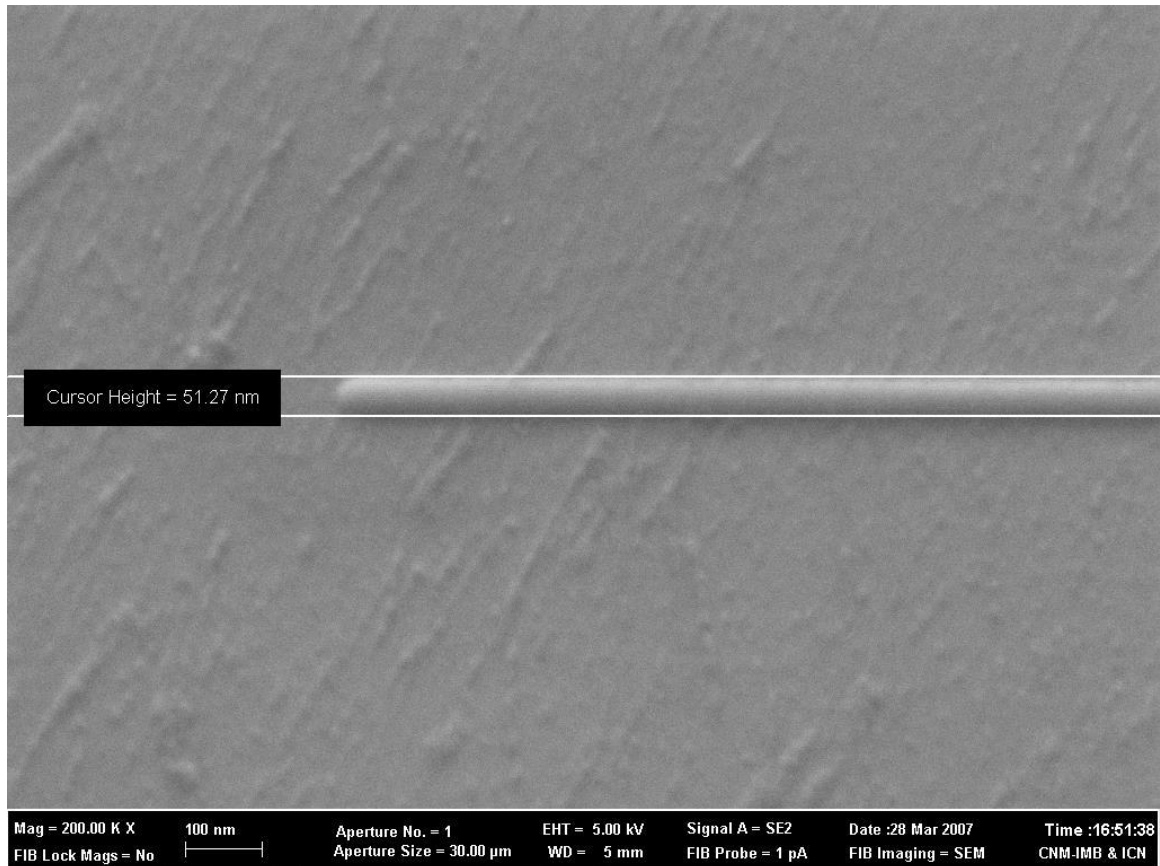


Figura 4.4.3_1. Línea realizada amb el FIB sobre un substrat d'STO dopat amb un 1% de Nb.

S'aconsegueix fer línies dins dels paràmetres desitjats. La imatge 4.4.3_1, que mostra el gruix de la línia, està corregida per software per tal de mostrar la dimensió vertical evitant l'efecte de la inclinació de la mostra (tilt). Cal destacar que els valors mesurats son orientatius, es considerarà que l'amplada de la línia està al voltant dels 50nm. Per mesurar profunditats tan superficials cal fer servir altres tècniques (com l'AFM)

Amb l'AFM s'observa que les línies en realitat no son trinxeres sinó muntanyes, es volia arrancar material i sembla que se n'ha dipositat (figura 4.4.3_2). Les línies tenen una alçada entre 7 i 8 nm.

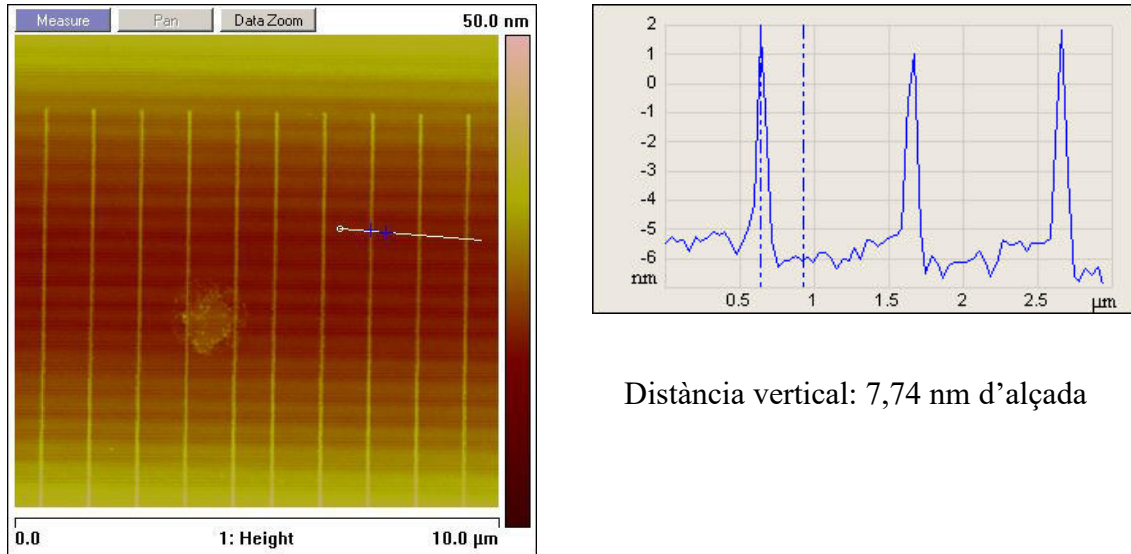


Figura 4.4.3_2. Imatge i gràfic AFM sobre la topografia de la mostra.

Una possible explicació a aquest fenomen podria ser que, localment, s'hagi fos el material i s'hagi amorfitzat al refredar-se. A més a més, amb el FIB es produeix implantació localitzada de ions de gal·li. Aquests fenòmens poden produir un increment de volum que és el que s'ha mesurat amb l'AFM. Un estudi que es podria fer és mesurar la difracció de raig x de les zones presumptament amorfitzades superficialment.

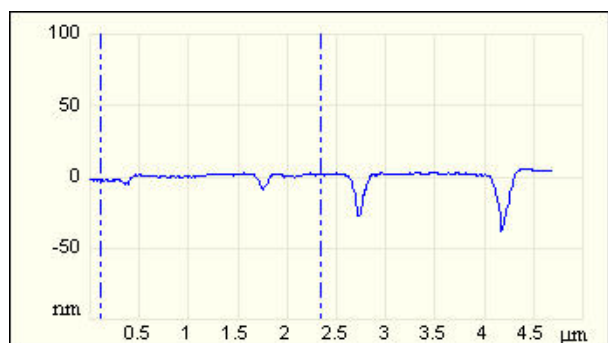
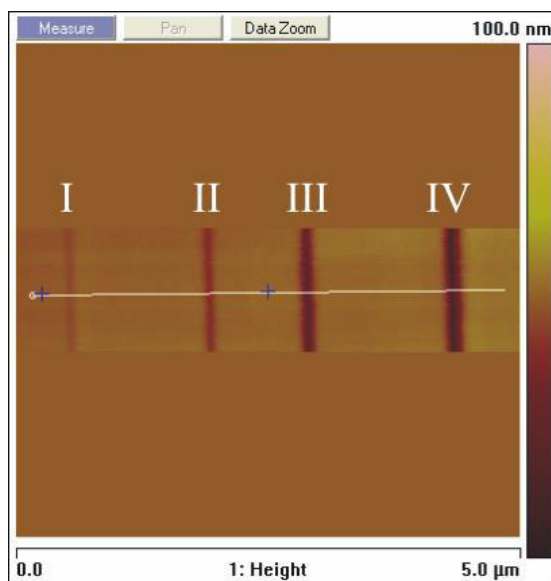
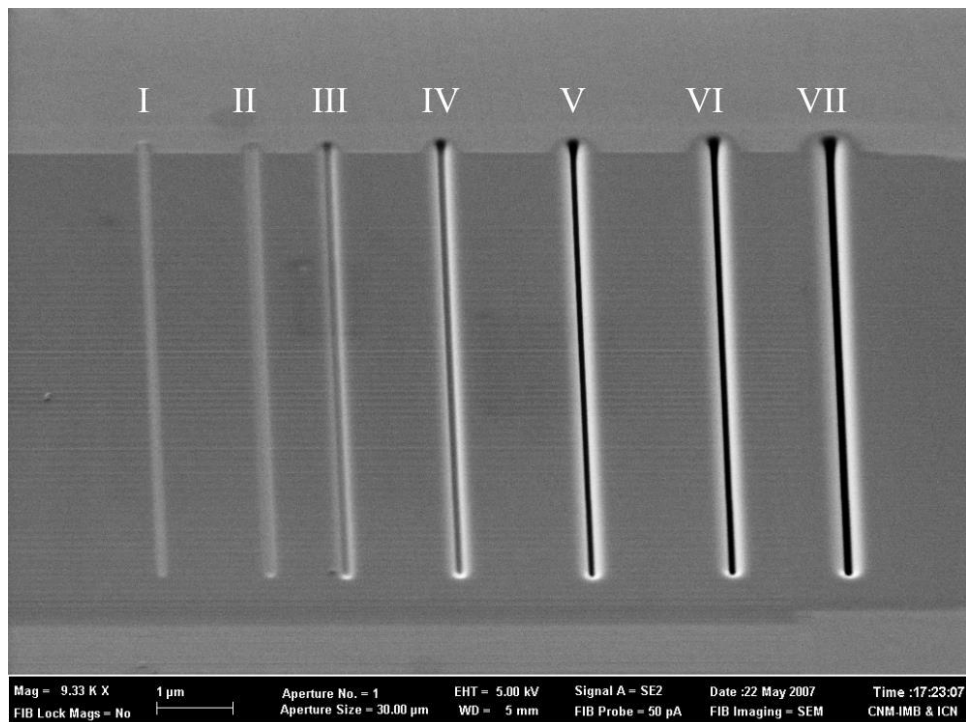
Calculant la dosi s'observa que el valor d'aquesta és de $1,248 \cdot 10^{15}$ ions/cm², valor proper a altres estudis d'amorfització superficial utilitzant el FIB [*].

$$D = \frac{I \cdot t_A}{A^n} = \frac{1 \text{ pA} \cdot 1 \text{ s}}{(10^4 \cdot 50) \text{ nm}^2} = 2 \cdot 10^{-6} \frac{\text{pA} \cdot \text{s}}{\text{nm}^2}$$

$$\text{Càrrega del ió} = \frac{1 \text{ C}}{6,24 \cdot 10^{18}}; \quad 1 \text{ C} = 1 \text{ A} \cdot \text{s}$$

$$2 \cdot 10^{-6} \frac{\text{pA} \cdot \text{s}}{\text{nm}^2} \cdot \frac{10^{14} \text{ nm}^2}{1 \text{ cm}^2} \cdot \frac{10^{-12} \text{ C}}{1 \text{ pA} \cdot \text{s}} \cdot \frac{6,24 \cdot 10^{18} \text{ ions}}{1 \text{ C}} = 1,248 \cdot 10^{15} \frac{\text{ions}}{\text{cm}^2}$$

Tot seguit es farà un test de línies amb dosis més altes que en el cas anterior. S'augmentarà en més d'un ordre de magnitud per estudiar si així s'afavoreix el fenomen d'sputtering sobre el d'amorfització. S'utilitzarà un corrent de ions de 50pA i, programant diferents temps d'exposició entre línia i línia, s'emprarà les mateixes condicions experimentals que en el cas anterior (longitud 10 μ m i mode *Mill for Time*). Els temps d'exposició són: $t_I=1s$; $t_{II}=2s$; $t_{III}=5s$; $t_{IV}=10s$; $t_V=20s$; $t_{VI}=30s$ i $t_{VII}=60s$.



Profunditat {
 I: 2,5nm
 II: 6,5nm
 III: 25nm
 IV: 34nm

Figures 4.3.3_3 i 4. Imatges SEM i AFM d'un test de línies a 50pA de corrent sobre d'STO dopat.

Com s'observa a la caracterització amb AFM (figura 4.3.3_4) s'aconsegueix realitzar trinxeres, l'efecte d'sputtering ha predominat sobre el d'amorfització superficial. La línia II s'adequa al valor de profunditat desitjada (s'ha obtingut una profunditat entre 6 i 7 nm). Per tant, les línies es realitzaran a un corrent de 50pA durant 2 segons. La dosi en el cas de la línia II (50pA i 2s) ha estat dos ordres de magnitud superior a la dosi de les línies de la sèrie anterior (1pA i 1s). La dosi a la línia II és de $1,248 \cdot 10^{17}$ ions/cm².

D'aquest estudi es poden extreure varies conclusions. D'una banda, el fenomen observat d'amorfització localitzada de material pot ampliar les utilitats el FIB. La dosi d'exposició iònica juga un paper molt important, si la dosi és baixa es pot tendir a amorfitzar superficialment el material i, si és alta, es produeix principalment sputtering. D'altra banda s'ha demostrat que utilitzant altres tècniques de caracterització (l'AFM en aquest cas) es pot obtenir informació addicional que pot ajudar a caracteritzar un procés de nanofabricació.

4.4.4. Aplicacions especials.

Degut a la capacitat de maniobrabilitat dins la cambra, juntament a la possibilitat d'observació amb dos feixos (ions i e⁻) disposats en angle, també es poden tractar aplicacions que no són l'estructuració o el tall de mostres planes sinó d'estructures geomètricament més complexes. En aquest exemple s'aborda l'obertura d'una fibra òptica utilitzada per aplicacions d'SNOM.

Durant el procés de fabricació, aquestes fibres s'han estirat i s'han escalfat amb un LASER. També han estat metal·litzades amb Al. Degut al procés de recobriment, les fibres s'han taponat a l'extrem. L'objectiu de tractar-les amb el FIB consisteix en inspeccionar les fibres òptiques i fabricar (obrir) una nano-obertura de diàmetre entre 80 i 120nm. D'aquesta forma la capacitat de recol·lecció de llum en camp proper augmenta sensiblement.

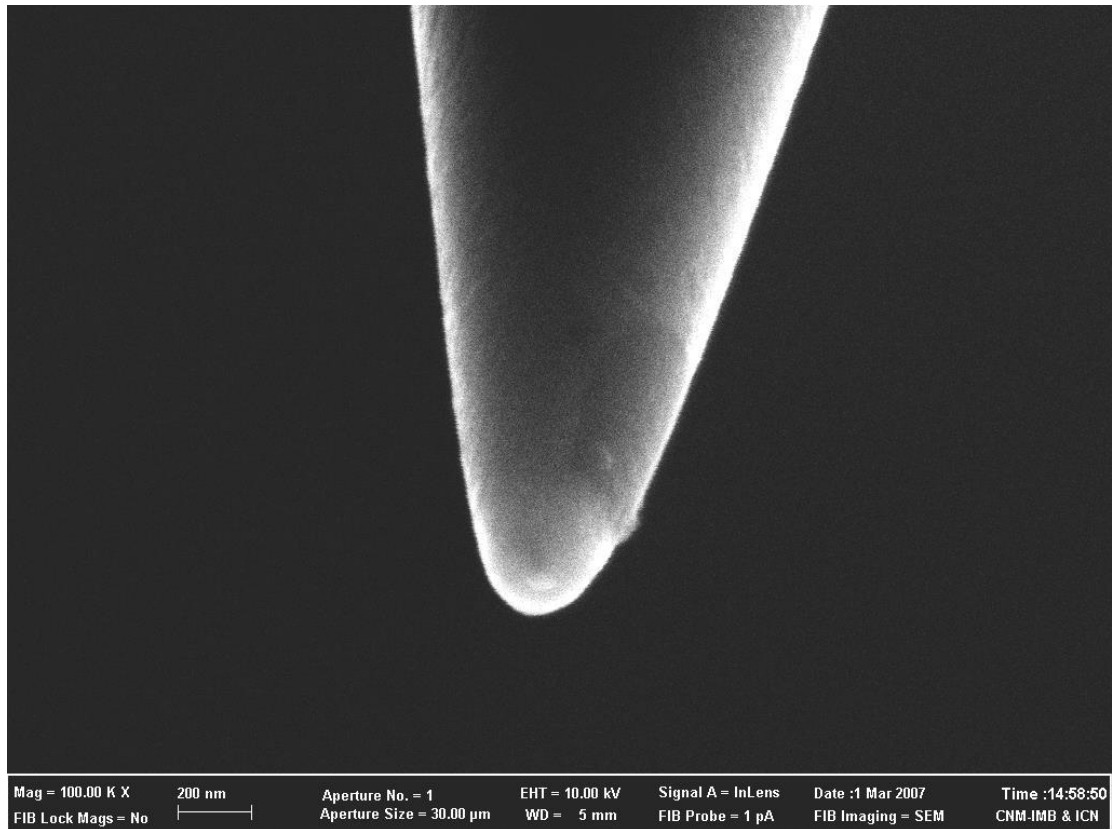


Figura 4.4.4_1. Microfibra amb l'obertura tapada.

La fabricació de l'obertura es farà a un corrent de ions baix per no danyar la fibra. Es programa un milling per polir la punta amb el mode *Mill for Time*, amb un corrent de 10pA i un temps de 30s. En aquesta, com en moltes altres aplicacions, la opció de veure amb el SEM l'acció que fa el FIB és de gran importància. Quan s'observi que l'obertura de la fibra té el diàmetre desitjat s'aturarà el milling.

A la figura 4.4.4_1 s'observa la fibra sense obrir i a la figura 4.4.4_2 la fibra un cop l'oberta. S'aconsegueix obtenir obertures a les microfibres de dimensions desitjades (en aquest cas de 100nm).

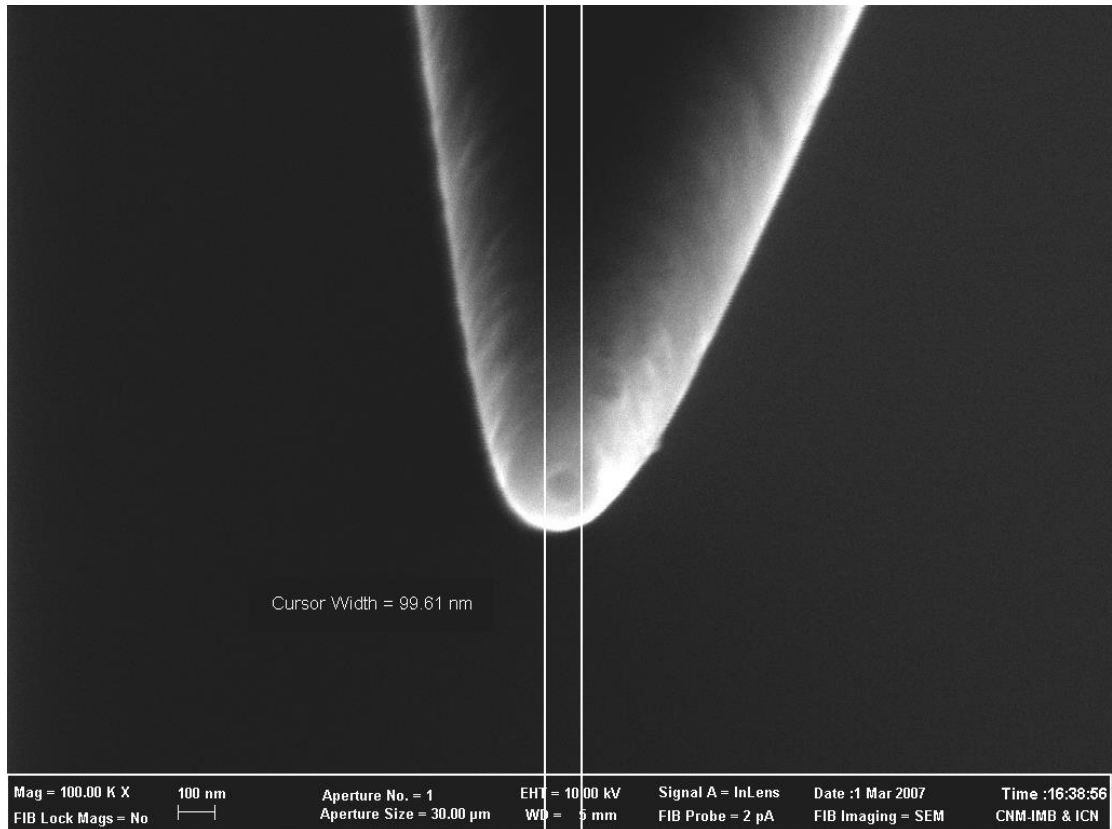


Figura 4.4.4_2. Microfibra amb l'obertura oberta.

4.5. Nanolaboratori

Referir-se al CrossBeam significa parlar d'un "nanolaboratori" capaç de caracteritzar, modificar i fabricar estructures, integrat en una única cambra de treball. Una opció molt interessant que ofereix l'equip és poder caracteritzar i excitar elèctricament un dispositiu a la escala nanomètrica. Això és possible degut a que hi ha 3 nanomanipuladors dins la mateixa cambra de treball on també operen el SEM i el FIB. Així doncs es pot treballar amb els nanomanipuladors a escala nanoscòpica ja que, gràcies a la columna d'electrons i a la de ions, es pot posicionar les puntes in situ amb gran precisió. A més a més, el fet de tenir les columnes a la mateixa cambra de treball que els manipuladors permet observar, en temps real, els fenòmens d'escala nano que es puguin produir quan s'excita elèctricament una mostra determinada.

Això té un especial interès quan els dispositius son del tipus mecànics o electromecànics ja que, a més a més d'excitar-los elèctricament, se'ls pot observar amb el SEM.

A. En aquest experiment es vol estudiar l'efecte d'aplicar corrent a través d'un nanotub que té un sòlid d'Au enganxat i de dimensions inferiors a la micra.

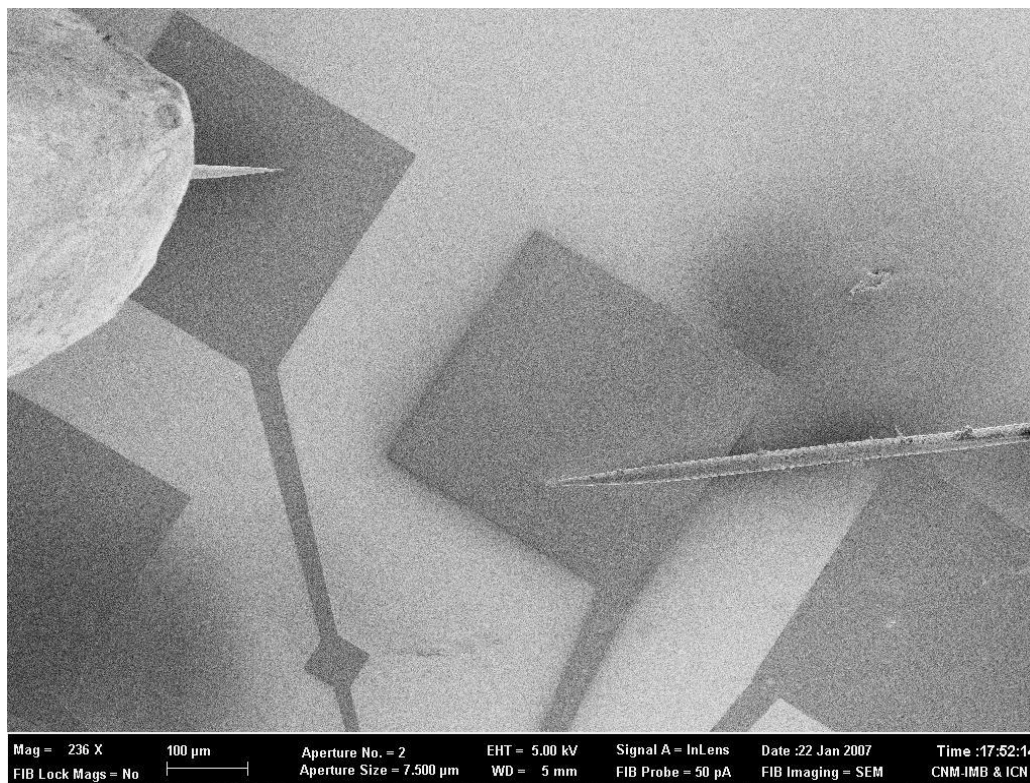


Figura 4.3.5_1. Manipuladors contactant elèctrodes.

Col·locant els manipuladors sobre els elèctrodes de contacte i enfocant amb el SEM el nanotub, s'aplica un corrent creixent que circuli pel nanotub i, en la imatge SEM, s'inspecciona els efectes que es puguin produir. Entre la figura 4.3.5_3 i la figura 4.3.5_4 s'observa que la partícula d'or s'ha mogut. La circulació de corrent a través del nanotub i la imatge SEM dona informació valuosa sobre el comportament electromecànic dels nanotubs. Ara caldrà estudiar en profunditat, i tenint en compte totes les condicions experimentals, els fenòmens que han pogut originar aquest comportament.

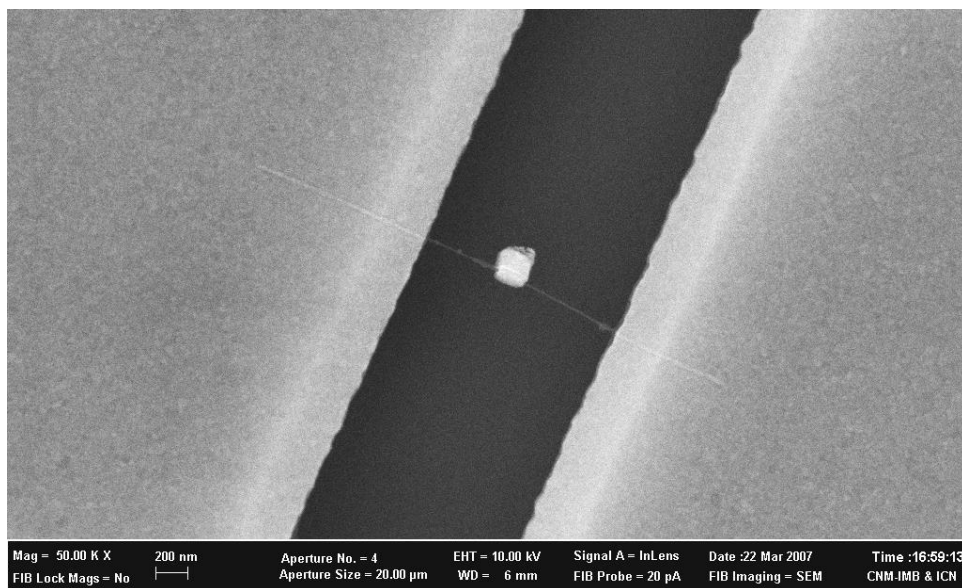


Figura 4.3.5_3. Nanotub amb el sòlid.

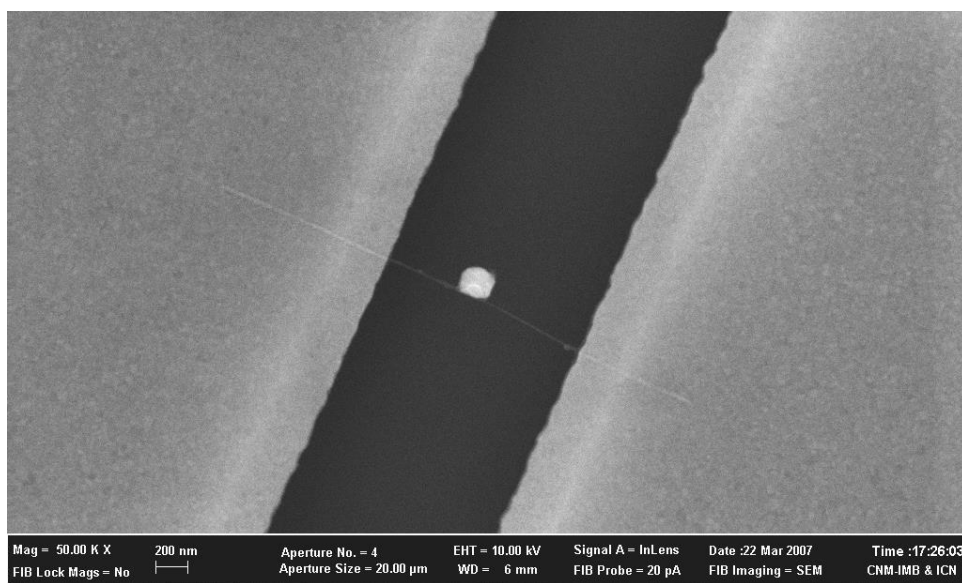


Figura 4.3.5_3. Nanotub amb el sòlid després d'aplicar la corrent.

Capítol 5. Estructures avançades, Cantilevers.

En aquest capítol es fa palesa la participació en el projecte CHARPAN i es posarà de manifest com, amb aquest equip, es pot treballar sobre estructures complexes.

El projecte CHARPAN (Charged Particle Nanotech) és un projecte de recerca europeu centrat en nanotecnologia i nanociència que va començar el 1 d'abril del 2005. Aquest projecte està enfocat a les necessitats industrials de recerca de noves tecnologies, de producció nanotecnològica, eficients per la fabricació d'estructures complexes en 2D i 3D.

En el projecte CHARPAN s'està desenvolupant eines de nanofabricació basades en múltiples feixos de partícules carregades (ions). La participació del CNM es centra a estudiar la viabilitat d'aquesta tecnologia per integrar-la amb la tecnologia CMOS per a la fabricació de nanoestructures electromecàniques.

En el projecte "*FIB, una eina per l'enginyeria de materials*" s'ha col·laborat amb el projecte CHARPAN fabricant i modificant estructures cantilever integrades en circuïteria CMOS. Als annexes 5 i 6 s'ha adjuntat els resums de la xerrada i el pòster que es presentarà als congressos ICN+T'07 (Estocolm) i MNE'07 (Copenhaguen) respectivament.

Concretament es pretén dipositar massa sobre cantilevers i, a més a més, fabricar cantilevers sobre estructures donades sense, en cap dels dos casos, alterar o espatllar el dispositiu base. D'aquesta forma es demostrarà com el "nanolaboratori" FIB pot ser un

esglaió eficaç en la fabricació d'estructures on es requereixi integrar més d'una tecnologia en un únic dispositiu.

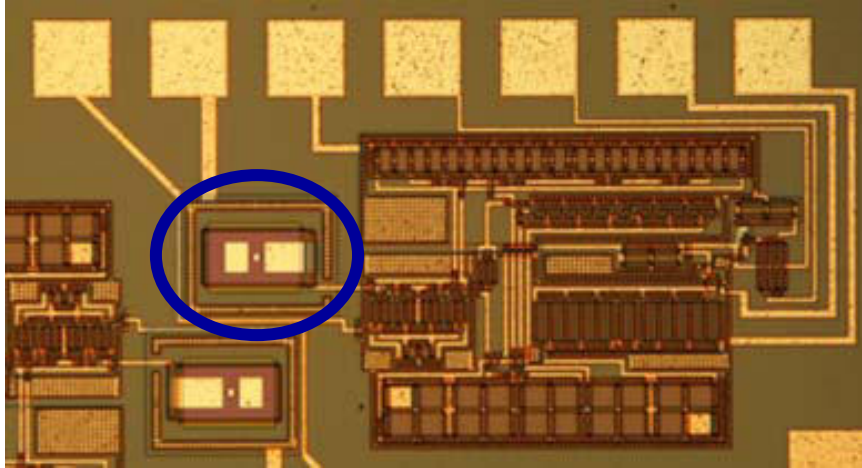


Figura 5_1. Circuit integrat CMOS amb l'electrònica necessària pel seu funcionament. En blau es marca la nanoàrea (zona on es treballarà amb el FIB tant quan es parli de dipositar sobre cantilevers com quan es parli de crear-los).

5.1. Deposició de massa sobre cantilevers.

En aquest experiment es vol estudiar l'efecte de dipositar massa, de densitat i mides conegudes, sobre cantilevers per determinar com varia la seva freqüència de ressonància.

El dispositiu és un doble cantilever de polisilici (DBC) definit per EBL sobre substrats prefabricats CMOS (figura 5.1_1.). Els dos ressonadors estan orientats perpendicularment l'un de l'altre i tenen unes mides aproximades de $14\mu\text{m}$ de llarg, 300nm d'amplada, 500nm de gruix i 600 nm de gap.

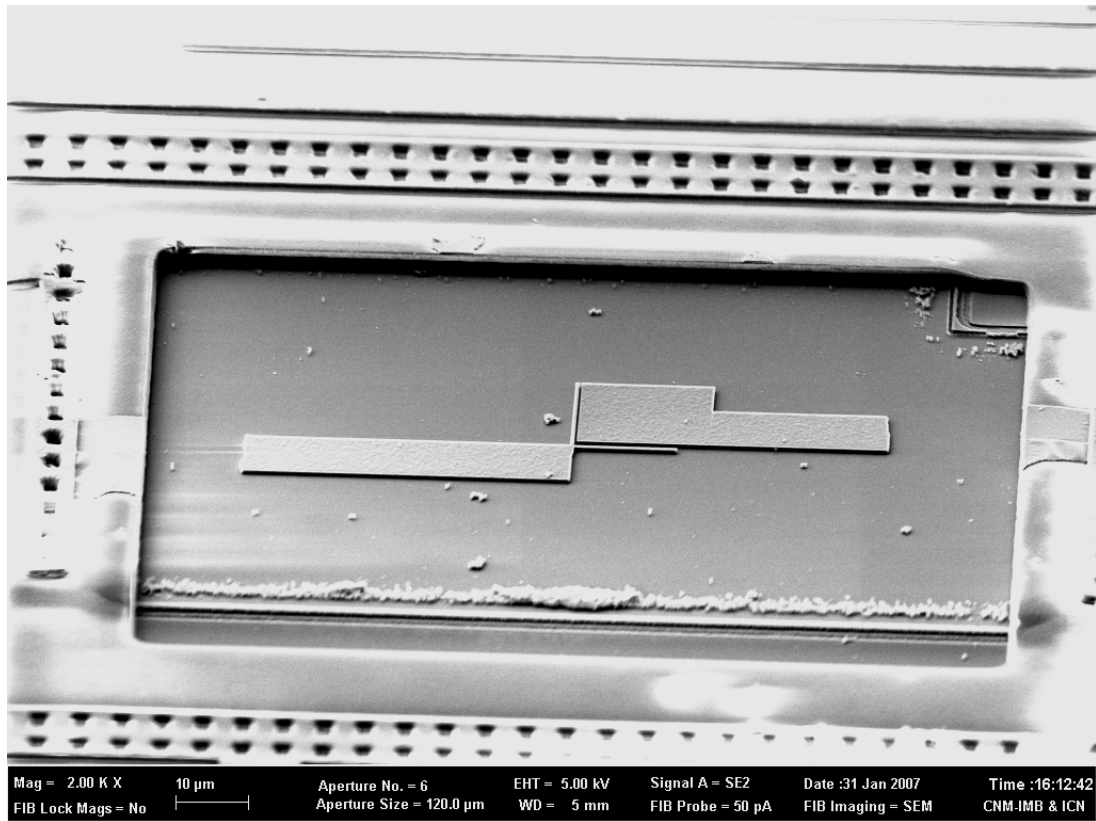


Figura 5.1_1. Vista de la nanoàrea amb el dispositiu DBC.

Es dipositarà un aliatge de Pt sobre un dels dos ressonadors que formen l'estructura (figures 5.1_2. i 5.1_3.). Una estimació de la composició de l'aliatge dipositat és, segons les dades subministrades pel fabricant, de 45% de Pt, 28% de Ga, 25% de C i 2% d'O. Considerant les densitats dels elements purs, la densitat de l'aliatge serà aproximadament de 12 g/cm^3 . La mida de les deposicions estarà al voltant de 500nm de llarg, 250nm d'amplada i, aproximadament, 160nm de gruix.

Per fer les deposicions caldrà escalfar el reservori i capil·lar del Pt i, al acostar-ho a la zona d'interès, s'obrirà la vàlvula del GIS i s'iniciarà l'exposició localitzada amb el FIB.

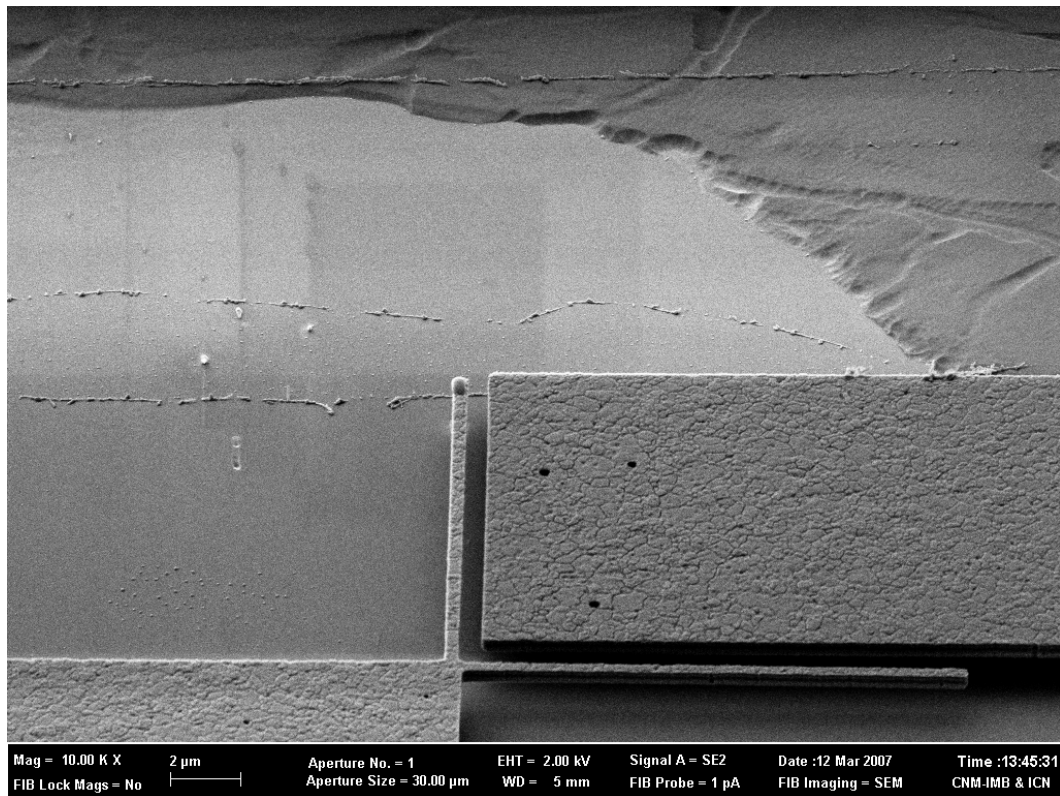


Fig. 5.1_2. Deposició sobre un cantilever A

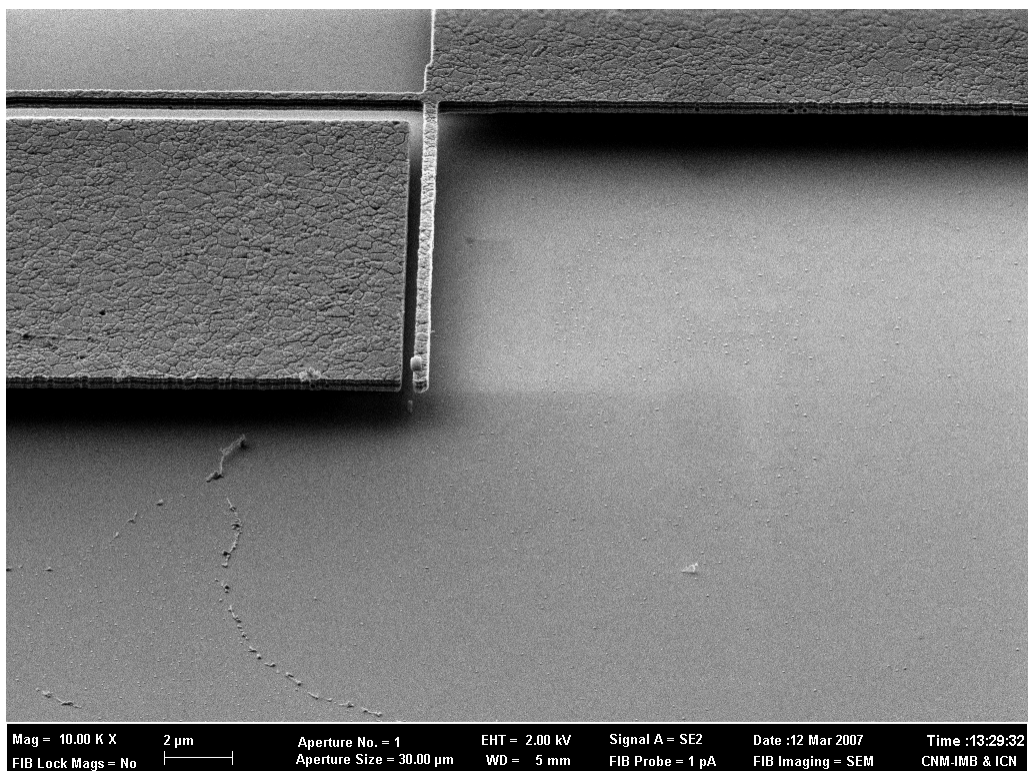


Fig. 5.1_3. Deposició sobre un cantilever B

Abans i després de dipositar la massa s'ha caracteritzat elèctricament els dispositius. S'aplica una tensió de freqüència variable (abscissa a la figura 5.1_4) i s'observa l'amplitud de ressonància (ordenada a la figura 5.1_4) del cantilever. En color negre es mostra la ressonància abans de dipositar la massa i en color verd després de la deposició.

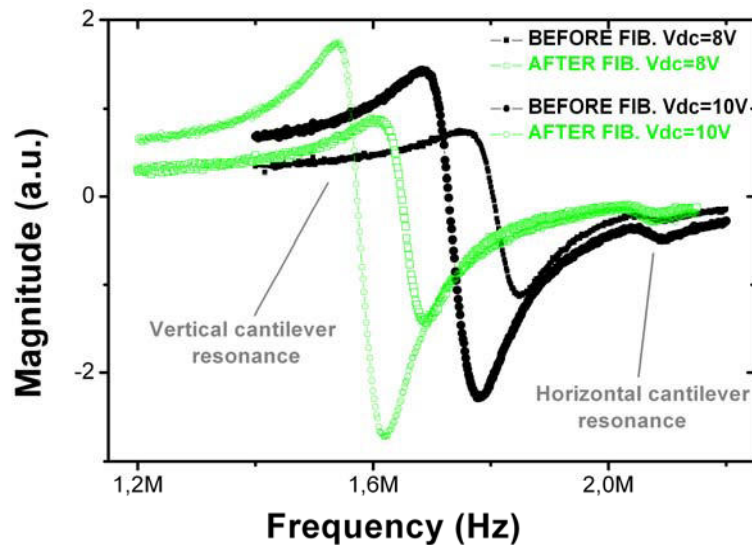


Figura 5.1_4. Variació de la freqüència de ressonància en funció de la massa.

S'observa variació en la freqüència de ressonància, hi ha un desplaçament de 120Hz que correspon a una deposició de massa d'uns 200 fg. Així doncs, els cantilevers experimentaran variacions de comportament degudes a petites variacions de massa.

5.2. Fabricació de cantilevers.

Tot seguit es fabricarà cantilevers dobles de polisilici, definits i fabricats amb el FIB, sobre substrats prefabricats CMOS (figura 5.2_1.). Els dos ressonadors s'orientaran perpendicularment i tindran unes mides aproximadament de 14µm de llarg, 800nm d'amplada, 750nm de gruix i 800 nm de gap.

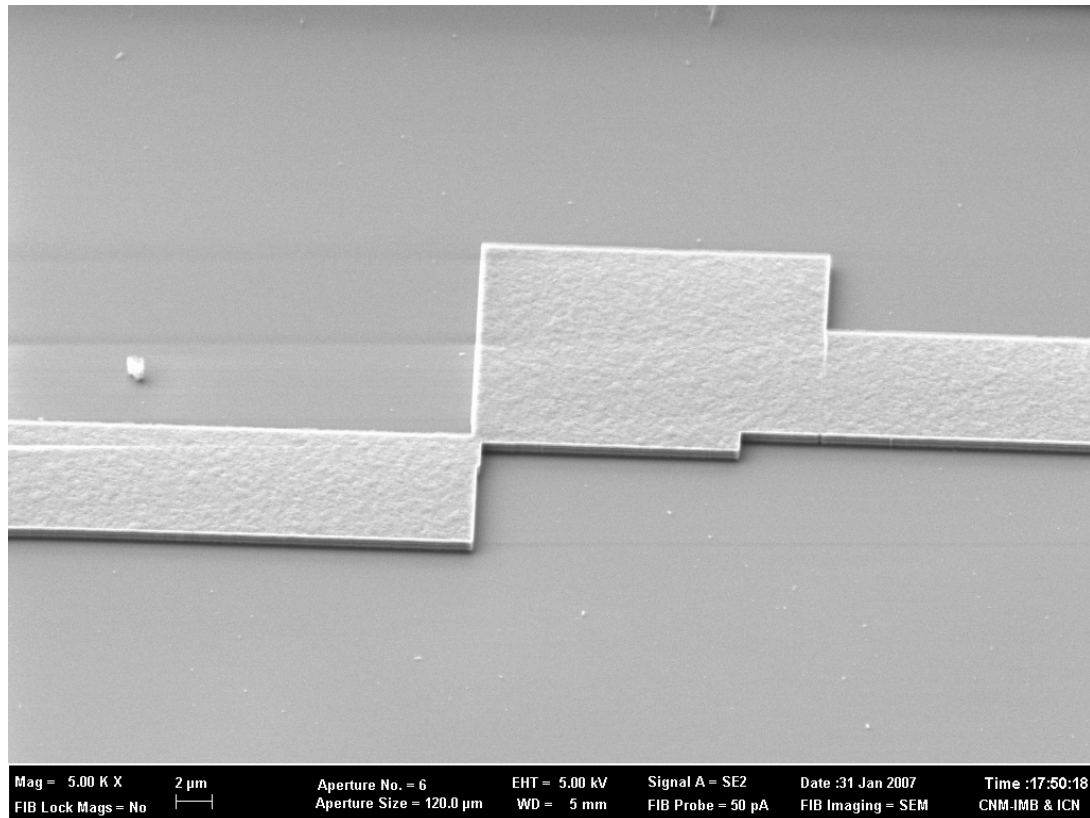


Figura 5.2_1. Estructura base de polisilici.

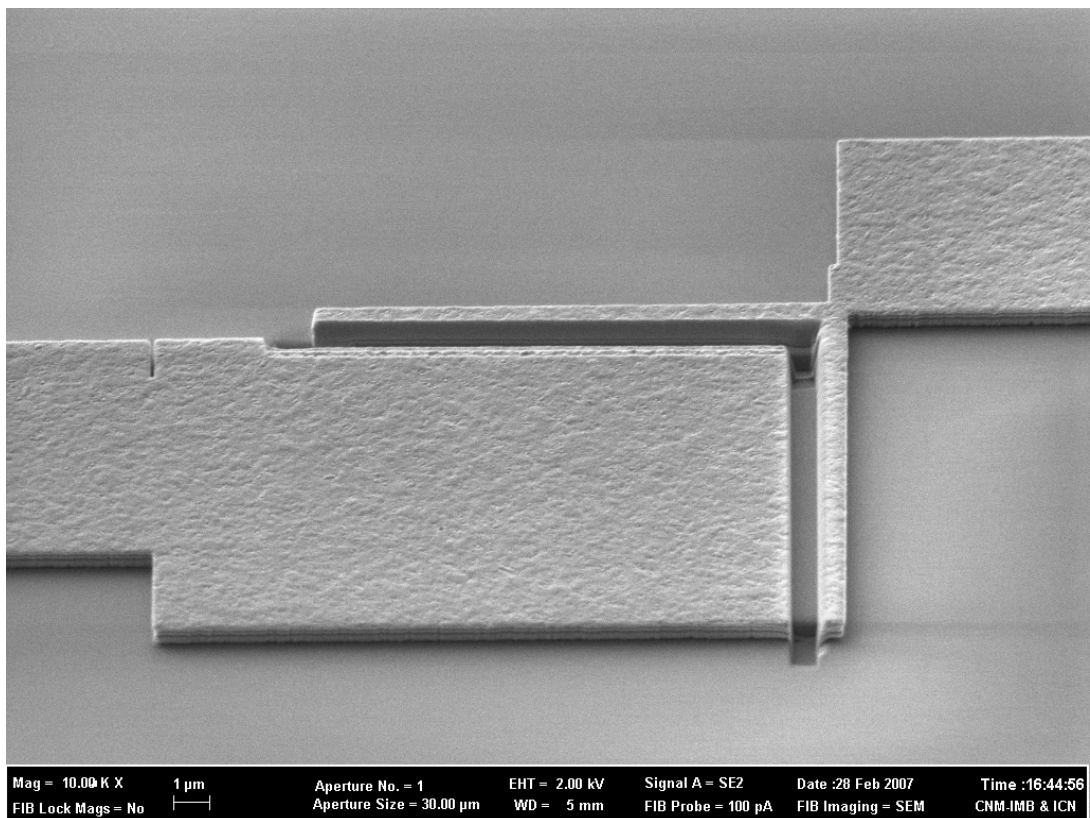


Figura 5.2_2. Imatge SEM de cantilevers fets amb FIB.

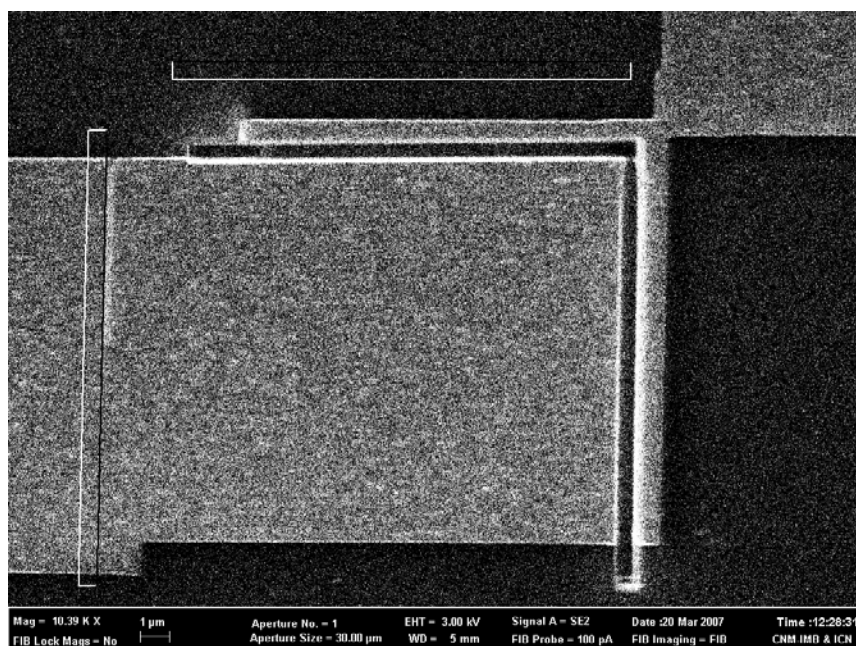


Figura 5.2_3. Imatge FIB (top view) de cantilevers fets amb FIB

Un cop creada l'estructura es caracteritza elèctricament per veure'n la resposta. Després de caracteritzar-los s'observa que, a una certa freqüència, els cantilevers entren en ressonància (figura 5.2_6). Per tant, s'ha aconseguit fabricar ressonadors amb FIB que tenen comportament similar als fabricats per EBL. S'observa, a més a més, que mecanitzar amb FIB no danya els circuits CMOS.

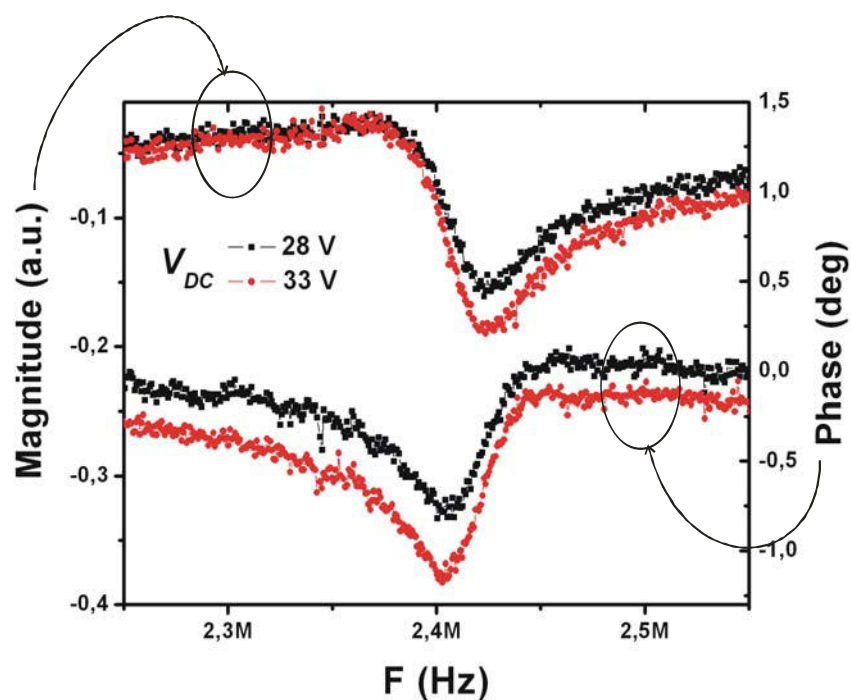


Figura 5.2_6. Caracterització d'un cantilever fabricat amb FIB. L'eix de les abscisses mostra la freqüència d'excitació elèctrica, l'eix de les ordenades a la dreta (Magnitude) es refereix a l'amplitud de ressonància i l'eix de l'esquerra (phase) la fase.

Capítol 6. Planificació, funcionament i servei

El principal repte de cara a la planificació i gestió de l'equip és poder oferir servei adreçat a les necessitats d'investigació. Amb l'objectiu de vetllar pel correcte funcionament de l'equip s'ha establert els següents apartats.

6.1. Accés FIB

6.1.1. Superusuariis (usuaris principals)

Els usuaris principals de l'equip son l'staff del FIB. D'ells és la responsabilitat, en un primer moment, de respondre i gestionar l'ús del CrossBeam. Aquests usuaris supervisaran que l'equip funcioni correctament, s'encarregaran de la reserva de l'equip i realitzaran les feines que s'encomanin.

Els usuaris principals de l'equip han rebut un curs de familiarització de dues setmanes de duració per aprendre a utilitzar el FIB i el mòdul de litografia d'electrons i de ions. A dia d'avui resta rebre el darrer curs, d'una setmana de duració, d'especialització i aplicacions avançades. El primers curs s'ha realitzat al Laboratori del FIB al IMB-CNM i el darrer curs s'impartirà a Oberkochen (Alemanya), seu i centre de recerca de Carl Zeiss.

6.1.2. Servei sota comanda i autoservei qualificat

Tot i oferir servei sota comanda s'està posant a punt el concepte d'autoservei qualificat. Aquesta etiqueta servirà per designar els usuaris que podran fer ús directament de l'equip un cop s'accepti la seva sol·licitud de reserva.

L'opció d'autoservei qualificat està regida per unes normes, cursos i exàmens detallats a l'annexa 2 (Procedures). El carnet d'usuari d'autoservei qualificat està supeditat a l'ús que es faci de l'equip.

En el següent quadre es resumeix els diferents modes de funcionament de servei amb el FIB:

Nivell I	Usuari FIB	No té accés directe al FIB. El FIB l'opera un membre de l'staff.
Nivell II	Autoservei FIB sense accés al GIS	Requereix d'un training sobre el CrossBeam.
Nivell III	Autoservei FIB amb accés al GIS	Requereix d'un training sobre el CrossBeam + GIS.
Nivell IV	Usuari FIB avançat: Nivell II + autoservei Raith	Es requereix de dos trainings (CrossBeam i sistema litografia Raith)
Nivell V	Usuari FIB avançat: Nivell III + autoservei Raith	Es requereix de dos trainings (CrossBeam + GIS i el sistema de litografia Raith)

6.1.3. Política d'accés

El mode més senzill de funcionament consisteix en accedir a servei sota comanda. En aquesta modalitat, tant si l'usuari vol estar present o no durant la sessió, només cal posar-se en contacte amb el responsable de processos nanotecnològics de la ICTS del IMB-CNM i omplir el full de comanda (annexa 5). S'estudiarà la petició i, si és factible, un membre de l'staff del FIB s'encarregarà de fer les tasques encarregades. L'usuari pot

accedir a les instal·lacions com a observador per poder aportar el seu punt de vista durant l'operació.

En el mode d'autoservei qualificat, l'accés a la Sala Blanca requereix la lectura i acceptació del Protocol d'Accés a la Sala Blanca de la ICTS i de la nota GICORG_0, els documents estan inclosos a l'annexa 1. L'acceptació d'aquest protocol és imprescindible per poder optar a l'autoservei qualificat. Un cop tramitats els protocols, presentada i acceptada la sol·licitud d'autoservei i aprovats els cursos d'ús de l'equip, la gestió i reserva anirà a càrrec del responsable de processos de nanofabricació de la ICTS.

La planificació i reserves de l'equip seran gestionades pel responsable de processos nanotecnològics. Es preveu que cada setmana es planifiqui les sessions de la següent setmana. Abans de realitzar-se la sessió FIB cal complimentar el full de comanda facilitat per l'staff del FIB i adjuntat a l'annexa 3.

6.2. Gestió i manteniment de l'equip

Per garantir el funcionament òptim de l'equip l'empresa Carl Zeiss ofereix un servei de manteniment. El cost que suposa aquest servei sortirà de les taxes sobre l'ús de l'equip, d'aquesta forma es vol garantir que els usuaris disposaran de l'equip en perfecte estat durant la vida útil del mateix.

Les taxes sobre l'ús de l'equip serviran per cobrir les següents necessitats:

- Fungibles (es designaran amb la lletra X)
- Manteniment (es designarà amb la lletra Y)
- Costos de Sala Blanca (es designaran amb la lletra Z)

Dins del concepte fungible s'engloba als filaments SEM i FIB, als cartutxos dels gasos i les puntes dels nanomanipuladors, apertures, gomes d'estanqueïtat,... Els costos de Sala Blanca inclouen la part proporcional al manteniment de l'espai utilitzat pel FIB dins la Sala Blanca. Això inclou les despeses elèctriques, de climatització i de gasos de servei (nitrogen i aire comprimit). En general es compte que pels equips d'alta tecnologia el manteniment ronda el 3~5% del cost total de l'equip.

A la tarifa adreçada a institucions públiques sobre l'ús de l'equip no es carregarà cap taxa en concepte d'amortització del mateix ni cap suplement sobre el personal que oferirà el servei. Aquestes despeses es designaran amb la lletra θ i les cobrirà el CNM, l'ICN i els usuaris privats.

X, Y i Z son les despeses anuals de l'equip. Es considera 42 setmanes útils després de descomptar, a les 52 setmanes de l'any, 7 setmanes per tancament de Sala Blanca i 3 setmanes per preveure manteniment ordinari i extraordinari. Cada setmana compte de 4,5 dies útils (es descompta 0,5 dies pel manteniment setmanal de l'equip) i cada dia disposa de 8 hores. Per tant:

$$\frac{42 \text{ _setmanes _útils}}{1 \text{ _any}} \cdot \frac{4,5 \text{ _dies _útils}}{1 \text{ _setmana _útil}} \cdot \frac{8 \text{ _hores}}{1 \text{ _dia _útil}} = 1512 \text{ _hores _d'ús}$$

Tarifes:

- Usuaris públics: Preu per hora = $(X + Y+Z)/1512$ hores.
- Usuaris privats: Preu per hora = $(X + Y + Z + \theta)/1512$ hores.

Cal afegir que, en funció de la demanda (més usuaris), es preveu poder utilitzar el FIB més hores inclòs en cap de setmana i horaris nocturns. A partir d'aquí les tarifes es revisaran periòdicament en funció de l'ús i les necessitats de l'equip.

Conclusions

En aquest projecte s'ha presentat la posta a punt de la tecnologia FIB per aplicacions sorgides al clúster BNC-b. Amb aquesta tècnica s'aconsegueix oferir actuacions tan diferents com la preparació de mostres TEM, la inspecció de seccions, l'edició de circuits i la nanofabricació. A continuació es resumirà les principals conclusions del treball:

- S'ha descrit i demostrat la capacitat del FIB per realitzar i estudiar seccions tan diverses com mostres estructurades en capes de diferents materials (secció CMOS), dispositius o mostres biològiques.
- S'ha posat a punt la tècnica per fabricar lamel·les fines per a microscòpia TEM. La integració dels tots els components de l'equip en aquestes aplicacions (s'utilitza el SEM, el FIB, els manipuladors i el GIS) és molt important alhora d'aconseguir resultats satisfactoris.
- S'ha desenvolupat els processos necessaris per a l'edició de circuits. La utilització de l'Specimen Current Monitor (SCM) com a End Point Detection (EPD) permet modificar circuits electrònics (tallar pistes metàl·liques amb el FIB, reconstruir connexions elèctriques amb el FIB+GIS, habilitar pads de test, etc.) minimitzant l'ús del SEM.

- S'ha fabricat estructures nanotecnològiques sobre diferents materials (Si, SiO₂, STO, etc.) demostrant la capacitat del FIB per actuar i assolir resolució nanomètrica tant sobre mostres conductores com sobre mostres aïllants.
- Mitjançant la combinació del FIB+GIS+SEM s'ha fabricat i funcionalitzat cantilevers de dimensions nanomètriques integrats en dispositius de tecnologia CMOS.
- El CrossBeam 1560XB es pot entendre com un nanolaboratori. Les diferents parts que componen l'equip permeten que es pugui experimentar a escala nanomètrica mentre s'interactua i s'observa els fenòmens que es poden produir en temps real.

Es pot concloure, doncs, que actualment es disposa d'una nova eina de nanofabricació / nanocaracterització a la Sala Blanca de la ICTS que aporta noves solucions tecnològiques pel desenvolupament d'investigació dins del clúster BNC-b.

Bibliografia

CUI Z.; 2005. *Micro-Nanofabrication. Technologies and Applications*. Higer Education Press.

G34-1560 XB en 01. 1560 XB CrossBeam User's Manual. Carl Zeiss.

Gas Injection Module for Enhanced / Selective Etching and Material Deposition. Instruction Manual. Revision 3.1.1. Orsayphysics. 2004.

GOLDSTEIN J.; NEWBURY D.; JOY D.; LYMAN C.; ECHLIN G.; LIFSHIN E.; SAWYER L.; and MICHAEL J. 2003. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 3a. ed. Springer.

GIANNUZZI L.A.; and STEVIE G.A. 2004. *Introduction to Focused Ion Beams. Instrumentation, Theory, Techniques and Practice*. Springer

MADOU M.J. *Fundamentals of Micro Fabrication. The Science of Miniaturization*. 2a. ed. CRC Press.

Manual for the SUPRA (VP) and ULTRA Scanning Electron Microscopes (SmartSEM). Version 05.00. Carl Zeiss. 2005.

ORLOFF J.; UTLAUT M.; and SWANSON L. 2003. *High Resolution Focused Ion Beams. FIB and Its Applications*. Kluwer Academic / Plenum Publishers.

Software Operation Manual ELPHY Quantum. Version 4.0. Raith 2005.

System manual MM3A Micromanipulator System. Version 4.03. Kleindiek Nanotechnik. 2006.